

NORME INTERNATIONALE

ISO
4527

Première édition
1987-07-15



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

Dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore — Spécifications et méthodes d'essai

Autocatalytic nickel-phosphorus coatings — Specification and test methods

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4527:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d307594-6381-4d04-9105-fb2feecf5709/iso-4527-1987>

Numéro de référence
ISO 4527:1987 (F)

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 normalement 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 4527 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

[ISO 4527:1987](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Sommaire

	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Définition	2
4 Informations à fournir par le client à l'électroplaste	2
5 Traitement du métal de base avant dépôt	2
6 Caractéristiques du dépôt	3
7 Traitement thermique après dépôt	4
8 Échantillonnage	5

Annexes

A Mesurage de l'épaisseur	6
B Mesurage de l'adhérence	11
C Mesurage de la porosité	12
D Détermination de la composition du dépôt (teneurs en nickel et phosphore) ..	14
E Méthode d'essai sous charge statique de mesurage de la réduction de la fragilisation par l'hydrogène	18
F Mesurage de l'aptitude au brasage tendre	19
G Mesurage de la résistance à la corrosion	19
H Méthode de détermination des conditions de martelage	20
J Traitement thermique de durcissement	21
K Guide relatif à l'épaisseur et à l'emploi des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore	24
L Mesurage de la résistance à l'usure	24

Tableaux

1 Conditions du traitement de relaxation des contraintes avant dépôt (ne s'applique pas aux pièces ayant subi une trempe superficielle)	3
2 Composition chimique du dépôt	4
3 Conditions du traitement contre la fragilisation par l'hydrogène après dépôt (ne s'applique pas aux pièces ayant subi une trempe superficielle)	5
4 Conditions du traitement thermique de durcissement des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore	5
5 Recommandations de traitement thermique améliorant l'adhérence	5
6 Masse volumique du dépôt nickel-phosphore	6

7	Températures de l'essai de choc thermique	11
8	Préparation des solutions d'étalonnage	15
9	Effet de la durée du traitement thermique à 400 °C sur la dureté (HK 0,1)	21
10	Effet de la durée du traitement thermique à plus de 400 °C sur la dureté (HK 0,1)	21

Figures

1	Échantillon pour essai de charge statique mesurant la réduction de la fragilisation par l'hydrogène.....	18
2	Support d'échantillon	20
3	Rapport entre la dureté et la température	22
4	Rapport entre la dureté et le temps de recuit	23

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4527:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d307594-6381-4d04-9105-fb2feecf5709/iso-4527-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d307594-6381-4d04-9105-fb2feecf5709/iso-4527-1987>

Dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore — Spécifications et méthodes d'essai

0 Introduction

Les dépôts autocatalytiques¹⁾ de nickel-phosphore sont généralement obtenus à partir de bains composés de manière à donner des finis brillants, semi-brillants ou mats (ternes). Leur aspect dépend du brillant et de l'état de surface du substrat. Les dépôts sont généralement utilisés sans usinage ni polissage.

Les dépôts sont obtenus par réduction catalytique des ions métal du nickel dans des solutions aqueuses en général légèrement acides, sous pression atmosphérique, par un agent réducteur qui est généralement l'hyposulfite de sodium. D'autres solutions de marque déposée ou autres, peuvent être utilisées pourvu qu'elles remplissent les conditions de la spécification.

Les dépôts obtenus laissent une épaisseur uniforme sur des pièces de forme irrégulière si la solution de traitement atteint librement toutes les surfaces.

Le dépôt est un alliage métastable de nickel et de phosphore contenant jusqu'à 15 % (*m/m*) de phosphore. Les propriétés chimiques et physiques ainsi que la structure du nickel autocatalytique dépendent de la composition du dépôt, de la composition chimique du bain de dépôt, du traitement préalable du support et du traitement thermique après dépôt.

On notera qu'un traitement thermique à plus de 220 °C peut réduire la résistance à la corrosion du dépôt. Par contre, à moins de 200 °C, un traitement thermique visant à améliorer l'adhérence ou à réduire la fragilisation par l'hydrogène n'affecte pas la résistance à la corrosion et ne modifie pas de façon notable la dureté ou la résistance à l'usure des dépôts.

Il est admis que les dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore tendent à être moins ductiles que les dépôts électrolytiques de nickel. Certains dépôts de moins de 10 µm d'épaisseur admettent généralement une certaine déformation sans fissuration ni écaillage.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les propriétés requises et les méthodes d'essai des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore.

La présente Norme internationale ne s'applique pas aux alliages nickel-bore.

2 Références

ISO 468, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO 1462, *Revêtements métalliques — Dépôts électrolytiques non anodiques par rapport au métal de base — Essais de corrosion accélérée — Méthode d'évaluation des résultats.*

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

ISO 2064, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Définitions et principes concernant le mesurage de l'épaisseur.*

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

ISO 2178, *Revêtements métalliques non magnétiques sur métal de base magnétique — Mesurage de l'épaisseur du revêtement — Méthode magnétique.*

ISO 2819, *Revêtements métalliques sur bases métalliques — Dépôts électrolytiques et dépôts par voie chimique — Liste des différentes méthodes d'essai d'adhérence.*

ISO 2859, *Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par attributs.*²⁾

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 3768, *Revêtements métalliques — Essai au brouillard salin neutre (Essai NSS).*

ISO 3769, *Revêtements métalliques — Essai au brouillard salin acétique (Essai ASS).*

1) Les dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore sont également appelés « dépôts de nickel sans courant » ou « nickel chimique ».

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 2859-1974.)

ISO 3770, *Revêtements métalliques — Essai au brouillard salin cupro-acétique (Essai CASS)*.

ISO 4516, *Revêtements métalliques — Essais de microdureté Vickers et Knoop*.

ISO 4519, *Dépôts électrolytiques et finitions apparentées — Méthodes d'échantillonnage pour le contrôle par attributs*.

ISO 4538, *Revêtements métalliques — Essai de corrosion à la thioacétamide (Essai TAA)*.

ISO 4540, *Revêtements métalliques — Dépôts électrolytiques cathodiques par rapport au métal de base — Cotation des éprouvettes ayant reçu un dépôt électrolytique, soumises aux essais de corrosion*.

ISO 4541, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Essai de corrosion Corrodokote (Essai CORR)*.

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

Publication CEI 68-2-20, *Essais fondamentaux climatiques et de robustesse mécanique — Deuxième partie — Essai T: Soudure*.

3 Définition

surface significative: Partie de l'article couverte ou devant être couverte par le revêtement et pour laquelle le revêtement joue un rôle essentiel quant à l'usage et/ou l'aspect de l'article.

(Définition de l'ISO 2064.)

4 Informations à fournir par le client à l'électroplaste

NOTE — Une étroite collaboration entre dessinateurs, fabricants et électroplastres est souhaitable de façon à obtenir des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore satisfaisants et à éviter des effets défavorables sur les propriétés mécaniques de l'article.

4.1 Informations essentielles

Les informations suivantes doivent être fournies par le client à l'électroplaste:

- a) numéro de la présente Norme internationale (ISO 4527);
- b) épaisseur du dépôt et des sous-couches éventuelles, en micromètres;
- c) détails de la surface significative, à indiquer sur les plans ou sur des échantillons marqués spécialement et fournis à cet effet, et qui seront indiqués de la même manière dans toutes les zones où les dépôts autocatalytiques de nickel peuvent ne pas exister;
- d) mode d'échantillonnage à adopter (voir chapitre 8);
- e) méthodes de vérification de l'adhérence à utiliser (voir 6.5);
- f) composition nominale ou spécification et état métallurgique ou métal de base.

4.2 Informations complémentaires

Les informations complémentaires suivantes peuvent être exigées et doivent dans ce cas être spécifiées par le client:

- a) caractéristiques du traitement éventuel de relaxation des contraintes avant dépôt autocatalytique et/ou du traitement de dégazage après dépôt (voir 5.2 et 7.2);
- b) caractéristiques du traitement éventuel d'introduction d'efforts de compression (du type martelage avant dépôt) (voir 5.3);
- c) caractéristiques spéciales ou restrictions éventuelles de traitement préalable;
- d) caractéristiques spéciales ou restrictions éventuelles de traitement thermique (voir 5.2 et chapitre 7);
- e) exigences éventuelles relatives à l'épaisseur maximale de dépôt, notamment dans le cas d'un rechargement de pièces usées ou usinées à l'excès, en spécifiant si ces épaisseurs sont obtenues après dépôt, ou après usinage du dépôt;
- f) nécessité de désaimanter les pièces en acier avant de procéder au dépôt pour réduire au minimum l'inclusion de particules magnétiques ou de limaille dans le dépôt;
- g) rugosité de surface définitive du dépôt (voir 6.1 et 6.2);
- h) dureté du dépôt et méthode d'essai à utiliser pour sa vérification (voir 6.4, chapitre 7 et annexe J);
- i) type, dimensions, étendue et emplacement des défauts de surface tolérés sur le dépôt (voir 6.1);
- j) caractéristiques spéciales éventuelles de composition chimique du dépôt (voir 6.11);
- k) caractéristiques éventuelles de résistance à la corrosion;
- l) caractéristiques éventuelles de porosité, et le cas échéant, méthode d'essai correspondante (voir 6.6 et annexe C);
- m) caractéristiques éventuelles de résistance à l'usure (voir 6.9 et annexe L);
- n) caractéristiques éventuelles d'aptitude au brasage tendre (voir 6.10 et annexe F);
- o) autres caractéristiques spéciales éventuelles.

5 Traitement du métal de base avant dépôt

5.1 État de surface

Les surfaces significatives sont à examiner par l'électroplaste, à l'œil nu ou corrigé en cas de défaut de vision, pour déceler les défauts de surface visibles qui peuvent altérer le bon état de surface définitif. Les défauts éventuels doivent être portés à l'attention du client avant traitement.

5.2 Relaxation des contraintes avant dépôt

5.2.1 Avant d'être revêtues, les pièces en acier doivent être soumises à un traitement de relaxation des contraintes si le client le demande. Les conditions de ce traitement sont indiquées, sauf convention contraire, dans le tableau 1.

Tableau 1 — Conditions du traitement de relaxation des contraintes avant dépôt (ne s'applique pas aux pièces ayant subi une trempe superficielle)

Résistance à la traction maximale spécifiée de l'acier, $R_{m\max}$	Température	Durée minimale
MPa	°C	h
$R_{m\max} \leq 1\ 050$	Pas nécessaire	—
$1\ 050 < R_{m\max} \leq 1\ 450$	190 à 220	1
$1\ 450 < R_{m\max} \leq 1\ 800$	190 à 220*	18*
$1\ 800 < R_{m\max}$	190 à 220	24

* Ou une durée plus courte à une température plus élevée.

5.2.2 Si le traitement thermique de relaxation est postérieur à un martelage, la température ne doit pas dépasser 220 °C.

5.2.3 Les pièces ayant subi une trempe superficielle doivent être relaxées entre 130 et 150 °C pendant au moins 5 h, mais une durée plus brève à des températures plus élevées est possible si la diminution de dureté superficielle du substrat qui en résulte est acceptable.

5.2.4 Le traitement thermique de relaxation des contraintes n'est pas requis en règle générale pour les métaux non ferreux. Les alliages de laiton et de cuivre qui subissent des contraintes ou des fissurations superficielles en présence d'ammoniaque ou de solutions de sels d'ammonium peuvent toutefois être relaxés.

5.3 Martelage

5.3.1 Caractéristiques générales

Si le client spécifie un martelage pour introduire ces efforts de compression, il doit également en spécifier la méthode (voir 4.2.6). Pour éviter l'introduction de contraintes de nature différée, le martelage doit couvrir 100 % de la surface.

NOTE — Le dépôt autocatalytique de nickel-phosphore peut entraîner une diminution sérieuse de l'endurance; aussi des efforts de compression introduits en surface dans les pièces par un martelage à la grenaille ronde sont-ils généralement bénéfiques à la résistance au chargement continu et à la fatigue. Les pertes d'endurance résultent de la propagation différée des fissures du dépôt vers le métal de base pendant les cycles de contrainte. L'introduction de contraintes de compression par martelage en surface de la pièce contribue à minimiser la diminution d'endurance des pièces devant ultérieurement recevoir le dépôt autocatalytique de nickel-phosphore.

Un martelage aux billes d'acier peut être préjudiciable à la résistance à la corrosion du dépôt par les inclusions qu'il peut laisser à la surface du substrat.

5.3.2 Caractéristiques pour l'acier

Si un martelage doit améliorer l'endurance, il faut que son intensité mesurée par la méthode décrite dans l'annexe H donne, sauf spécification contraire (voir la note), une hauteur minimale d'arc de

- 0,3 mm pour les aciers de résistance à la traction inférieure à 1 100 MPa;
- 0,4 mm pour les aciers de résistance à la traction égale ou supérieure à 1 100 MPa.

Sauf spécification contraire, le martelage devra être exécuté sur toute l'étendue de la surface, et les marques de grenaille devront donc empiéter les unes sur les autres.

NOTE — Une intensité plus faible peut s'avérer nécessaire pour éviter de déformer des sections minces, mais ne sera peut-être pas aussi efficace pour éviter la perte d'endurance.

5.3.3 Caractéristiques pour les métaux non ferreux

L'intensité de martelage des métaux non ferreux doit être spécifiée par le client.

5.4 Sous-couches

Des sous-couches sont nécessaires sur certains métaux de base pour:

- a) améliorer l'adhérence;
- b) empêcher la diffusion;
- c) empêcher la pollution du bain de dépôt.

Pour éviter la diffusion et la pollution, on déposera une sous-couche continue de 2 à 5 µm d'épaisseur de cuivre ou de nickel électrolytique. Ce type de sous-couche sera appliqué sur les métaux de base contenant plus que des traces d'antimoine, d'arsenic, de bismuth, cadmium, plomb, magnésium, d'étain et de zinc, sauf pour les bronzes et les laitons.

Pour améliorer l'adhérence sur certains métaux, on déposera une sous-couche continue de 2 µm d'épaisseur au maximum de cuivre ou de nickel électrolytique. Ce type de sous-couche sera appliqué sur les métaux de base contenant plus que des traces de chrome, plomb, molybdène, nickel, d'étain, de titane ou tungstène.

6 Caractéristiques du dépôt

6.1 Aspect

Sur spécification du client, l'aspect de la surface significative à l'état brut de dépôt devra être brillant, semi-brillant ou mat (terne). Vue à l'œil nu ou corrigé en cas de défaut de vision, la surface doit être uniforme et exempte de défauts du type piquures, fissures, soufflures, feuilletage ou excroissances, sauf si ces défauts sont tolérés [voir 4.2 g) et 4.2 i)].

NOTE — Les défauts présents dans le métal de base avant dépôt (y compris les défauts cachés) peuvent être reproduits par le revêtement. En outre, le traitement thermique après dépôt peut apporter des taches ou décolorations. Il est donc conseillé aux parties intéressées de convenir d'un niveau d'acceptation de ce genre de défauts.

6.2 Rugosité

Si le client spécifie une rugosité de surface, sa méthode de mesurage doit être celle spécifiée dans l'ISO 468.

NOTE — Il est un fait reconnu que l'état de surface du dépôt ne sera en général pas supérieur à celui du substrat.

6.3 Épaisseur

L'épaisseur finale minimale de l'alliage autocatalytique nickel-phosphore déposé sur la surface significative et de la ou des sous-couches éventuelles, ainsi que la méthode de mesurage de cette épaisseur, doivent être spécifiées par le client [voir 4.1 b) et chapitre A.1]. Un guide des épaisseurs courantes est donné dans l'annexe K.

Si le client le spécifie, il est admis de revêtir, en même temps que la pièce, un échantillon sur lequel sera mesurée l'épaisseur du dépôt autocatalytique de nickel.

6.4 Dureté

Les valeurs de dureté doivent, si besoin est, être mesurées après le traitement thermique; les mesurages s'effectueront suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 4516. La dureté de dépôt mesurée doit correspondre à 10 % près à la dureté spécifiée par le client (voir 7.3 et annexe J).

6.5 Adhérence

Le dépôt autocatalytique de nickel-phosphore doit adhérer au métal de base. Les dépôts doivent pouvoir passer avec succès un ou plusieurs des essais d'adhérence indiqués dans l'annexe B, suivant les spécifications du client [voir 4.1 e) et 7.4] et compte tenu des critères suivants:

- Pendant l'essai de flexion décrit dans le chapitre B.1, le dépôt ne doit pas se détacher. Des fissures apparaissant sur la face en traction de la pliure ne sont pas signe de mauvaise adhérence.
- Pendant l'essai de choc thermique décrit dans le chapitre B.2, le dépôt ne doit laisser apparaître ni cloque, ni décollement.
- Pendant l'essai au poinçon décrit dans le chapitre B.3, le dépôt ne doit laisser apparaître ni cloque, ni écaillage.
- Pendant l'essai à la lime décrit dans le chapitre B.4, le dépôt ne doit pas se soulever.

6.6 Porosité

Vérifié par la méthode appropriée décrite dans l'annexe C et évalué suivant les indications de l'ISO 1462 et l'ISO 4540, le dépôt doit, sauf spécification contraire, correspondre à un indice au moins égal à 8. Dans certains cas d'utilisations spéciales requérant une absence totale de porosité, cet indice sera porté à au moins 10.

6.7 Protection du substrat contre la corrosion

Les pièces revêtues d'un dépôt autocatalytique de nickel-phosphore peuvent, sur spécification, être soumises à l'un des essais spécifiés dans l'ISO 3768, l'ISO 3769, l'ISO 3770, l'ISO 4538 ou l'ISO 4541. Les résultats de l'essai doivent être évalués suivant les indications de l'ISO 1462 et de l'ISO 4540 tandis que le niveau de réception sera fixé par le client.

6.8 Résistance du dépôt à la corrosion

La résistance du dépôt à la corrosion devra, si besoin est, être spécifiée par le client en même temps que la méthode d'essai et d'évaluation correspondante [voir 4.2 k) et annexe G].

6.9 Résistance à l'usure

La résistance du dépôt à l'usure devra, si besoin est, être spécifiée par le client en même temps que la méthode d'essai et d'évaluation correspondante [voir 4.2 m)]. L'annexe L donne quelques informations sur les différentes méthodes d'essai existantes.

6.10 Aptitude au brasage tendre

L'aptitude du dépôt au brasage tendre devra, si besoin est, être spécifiée par le client en même temps que la méthode d'essai et d'évaluation correspondante [voir 4.2 n) et annexe F].

6.11 Composition chimique

La composition chimique du dépôt nickel-phosphore devra, si besoin est, être spécifiée par le client [voir 4.2 j) et annexe D]. Si elle n'est pas spécifiée, les dépôts seront fournis suivant les indications du tableau 2, dans les fourchettes spécifiées comme types. On ne fournira normalement pas dans ce cas de justificatif de la composition chimique.

Tableau 2 — Composition chimique du dépôt

Élément	Fourchette [% (m/m)]		
	Minimum	Maximum	Type
Nickel	85	98	88 à 95
Phosphore	2	15	5 à 12
Autres éléments*			
Al, As, B, Bi, C, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, H, Mn, Mo, N, Nb, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, V, Zn	0	2	0,05

* Certaines applications spéciales requièrent un contrôle des éléments contenus dans le dépôt. Ce contrôle sera facilité, pour ce qui est des détails n'entrant pas dans la catégorie des informations essentielles, par des contacts étroits avec les services, les bureaux d'études, le contrôle de la qualité et achats.

7 Traitement thermique après dépôt

NOTE — Des travaux visant à une amélioration du contenu de ce chapitre sont actuellement en cours.

7.1 Généralités

Si le client le spécifie, un traitement thermique doit être effectué pour

- réduire la fragilisation par l'hydrogène (voir 7.2);
- augmenter la dureté du dépôt (voir 7.3);
- améliorer l'adhérence des dépôts sur certains substrats (voir 7.4).

Si le traitement thermique vise à tremper le dépôt, il peut ne pas être nécessaire d'effectuer un traitement thermique distinct pour réduire la fragilisation par l'hydrogène (voir 7.2). Le traitement thermique doit avoir lieu avant toute finition mécanique. Tout retard de traitement sera particulièrement préjudiciable dans le cas des aciers dont la résistance à la traction est égale ou supérieure à 1 400 MPa (voir tableau 3).

7.2 Traitement thermique contre la fragilisation par l'hydrogène (traitement de dégazage) après dépôt

7.2.1 Le traitement thermique des articles en acier revêtus doit avoir lieu selon les prescriptions du tableau 3.

La durée du traitement se compte à partir de l'instant où l'article a atteint la température requise et ne tient pas compte du temps de refroidissement.

Tableau 3 — Conditions du traitement contre la fragilisation par l'hydrogène après dépôt (ne s'applique pas aux pièces ayant subi une trempe superficielle)

Résistance à la traction maximale spécifiée de l'acier, $R_{m \max}$	Température	Durée	Délai maximal admissible après dépôt
MPa	°C	h	h
$R_{m \max} < 1\ 050$	Pas nécessaire	—	—
$1\ 050 < R_{m \max} < 1\ 450$	190 à 220	8	8
$1\ 450 < R_{m \max} < 1\ 800$	190 à 220	18	4
$1\ 800 < R_{m \max}$	190 à 220	24	0

7.2.2 Les pièces martelées peuvent être chauffées moins longtemps à une température plus élevée si ces conditions s'avèrent efficaces pour réduire la fragilisation par l'hydrogène. On aura cependant par voie de conséquence une trempe du dépôt (voir annexe J).

La température maximale à laquelle les pièces peuvent être portées est de 50 °C de moins que leur température de trempe.

7.2.3 Les pièces ayant subi une trempe superficielle doivent être traitées à une température comprise entre 190 et 220 °C pendant au moins 1 h ou à une température plus élevée si la diminution de dureté du substrat qui en résulte est acceptable.

7.2.4 Les pièces spécifiées doivent être essayées après traitement thermique par l'une des méthodes décrites dans l'annexe E.

7.3 Traitement thermique de durcissement

Les conditions du traitement thermique visant à augmenter la dureté des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore sont résumées dans le tableau 4.

Tableau 4 — Conditions du traitement thermique de durcissement des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore (voir annexe J)

Gamme de dureté (HV)	Nickel-phosphore
500 min. 600 à 800 800 à 1 100*	Brut de dépôt Traitement thermique de l'annexe J Traitement thermique de l'annexe J

* Dans cette gamme de dureté, le dépôt peut être microfissuré.

7.4 Traitement thermique d'amélioration de l'adhérence

Le traitement thermique visant à améliorer l'adhérence des dépôts autocatalytiques de nickel-phosphore sur certains métaux de base doit avoir lieu suivant les spécifications du client ou suivant les recommandations du tableau 5 pour les dépôts de 50 µm ou moins appliqués sur des alliages n'étant pas altérés par la température indiquée (plus le dépôt est épais et plus la dureté augmente).

Tableau 5 — Recommandations de traitement thermique améliorant l'adhérence

Métal	Durée	Température
	h	°C
Béryllium et alliages de béryllium	1 à 1,5	155 ± 5
	4	140 ± 5
Aluminium et alliages d'aluminium vieillis	1 à 1,5	130 ± 10
	Aluminium et alliages d'aluminium non vieillis	1 à 1,5
Magnésium et alliages de magnésium	2 à 2,5	190 ± 10
Cuivre et alliages de cuivre	1 à 1,5	190 ± 10
Nickel et alliages de nickel	1 à 1,5	230 ± 10
Titane et alliages de titane	10	280 ± 10
Aciers au carbone et aciers alliés	1 à 1,5	210 ± 10
Molybdène et alliages de molybdène	2 à 2,5	100 ± 10

8 Échantillonnage

8.1 Sauf accord du client et de l'électroplaste sur un autre plan d'échantillonnage représentatif, le plan d'échantillonnage à choisir doit être celui de l'ISO 2859 ou de l'ISO 4519.

8.2 Lorsque le plan d'échantillonnage requiert le revêtement d'échantillons d'essai séparés, ceux-ci devront être revêtus en même temps que les articles.

NOTE — L'autocatalyse du nickel est sujette à des variations rapides de la concentration de la solution et il est recommandé d'effectuer un échantillonnage quotidien du dépôt. Sur les dépôts devant par spécification avoir une certaine teneur en phosphore et sur ceux dont la résistance à la corrosion nécessite vérification, un échantillonnage plus fréquent doit être envisagé en option [voir 4.2 j) et 4.2 k)].

Tous les échantillons de ce genre utilisés dans le plan d'échantillonnage doivent avoir le même métal de base que les articles revêtus conformément à la présente spécification.

8.3 Sauf accord contraire de l'électroplaste, tous les échantillons doivent être fournis par le client.

Annexe A

Mesurage de l'épaisseur

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Généralités

L'épaisseur doit être mesurée en tout endroit de la surface significative désigné par le client, avec une incertitude inférieure à 10 % et par la méthode désignée par le client. En cas de litige concernant l'épaisseur, la méthode de référence à utiliser sera celle qui est spécifiée dans le chapitre A.3.

A.2 Méthode « pesée—dépôt—pesée »

A.2.1 Principe

Revêtement d'un échantillon ayant même métal de base que l'article à revêtir. Détermination de l'augmentation de masse due au dépôt. Calcul de l'épaisseur du dépôt.

A.2.2 Mode opératoire

A.2.2.1 Échantillon

L'échantillon doit avoir une superficie connue et un métal de base similaire à celui de l'article à revêtir.

A.2.2.2 Détermination

Peser l'échantillon propre et sec à 0,001 g (ou mieux) près. Le revêtir dans les conditions de traitement. Nettoyer et sécher l'échantillon revêtu et le peser avec une précision similaire et à la température où s'est effectuée la pesée de l'article non revêtu.

A.2.3 Expression des résultats

L'épaisseur du dépôt, exprimée en millimètres, est donnée par la formule

$$\frac{10 (m_2 - m_1)}{\rho A}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de l'échantillon avant dépôt;

m_2 est la masse, en grammes, de l'échantillon revêtu;

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du dépôt (voir tableau 6);

A est la superficie, en centimètres carrés, de la surface revêtue de l'échantillon.

NOTE — La masse volumique du dépôt varie avec la teneur en phosphore de celui-ci. Des valeurs types sont données dans le tableau 6.

Tableau 6 — Masse volumique du dépôt nickel-phosphore

Teneur en phosphore % (m/m)	Masse volumique g/cm ³
6,0	8,0
9,0	7,85
12,5	7,68

A.3 Coupe métallographique

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 1463.

A.4 Mesurage dimensionnel direct avant et après dépôt

A.4.1 Principe

Mesurage de l'épaisseur en un endroit particulier d'une pièce ou d'un échantillon avant et après dépôt. Calcul de l'épaisseur du dépôt.

A.4.2 Mode opératoire

A.4.2.1 Échantillon

L'échantillon est soit une pièce, soit un coupon et doit avoir un métal de base similaire à celui de la pièce.

A.4.2.2 Détermination

À l'aide d'un instrument de mesurage approprié, par exemple un micromètre, mesurer, à 0,002 mm près, l'épaisseur de l'échantillon en un endroit donné. Revêtir l'échantillon dans les conditions de traitement. Nettoyer et sécher l'échantillon revêtu et mesurer son épaisseur au même endroit et avec une précision similaire, à la température où s'est effectué le mesurage sur l'article non revêtu.

A.4.2.3 Expression des résultats

L'épaisseur du dépôt, exprimée en millimètres, est donnée par la formule

$$\delta_2 - \delta_1$$

où

δ_1 est l'épaisseur, en millimètres, de l'échantillon avant dépôt;

δ_2 est l'épaisseur, en millimètres, de l'échantillon revêtu.

Dans le cas d'échantillons revêtus sur les deux faces, diviser par 2 le chiffre obtenu à l'aide de la formule ci-dessus.

A.5 Méthode coulométrique

A.5.1 Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2177. Utiliser la solution recommandée par le constructeur de l'appareil.

NOTE — Une solution de nitrate de sodium à 600 g/l dans de l'eau distillée ou dé-ionisée, s'est avérée appropriée pour certains appareils. Il est néanmoins essentiel de vérifier son aptitude à l'emploi avant de l'utiliser avec un appareil particulier.

A.5.2 L'appareil doit être étalonné sur le dépôt considéré car le résultat varie de façon notable en fonction de la teneur en phosphore ou du traitement thermique.

NOTE — Cette méthode n'est recommandée que pour les substrats en acier sur lesquels on ne dépose qu'une épaisseur maximale de dépôt de 10 μm à l'état « brut ».

A.6 Méthode de rétrodiffusion des rayons bêta

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 3543.

L'épaisseur de dépôt peut se mesurer à l'aide d'un appareil à rétrodiffusion des rayons bêta. L'usage de cette méthode est limité aux métaux de base ayant un numéro atomique inférieur à 18 ou supérieur à 40. La teneur réelle du dépôt en phosphore est prise en considération et l'appareil doit donc être étalonné sur des échantillons normalisés de même substrat dont le dépôt a la même teneur en phosphore que celle des articles à essayer.

A.7 Méthode magnétique

La méthode spécifiée dans l'ISO 2178 est applicable aux substrats magnétiques revêtus de dépôts autocatalytiques de nickel contenant plus de 9 % (*m/m*) de phosphore (non magnétique) et qui n'ont pas subi de traitement thermique. L'appareil doit être étalonné sur des dépôts provenant du même bain, appliqués sur de l'acier et dont l'épaisseur a été déterminée par la méthode au microscope spécifiée dans l'ISO 1463.

A.8 Méthode au microscope électronique à balayage

A.8.1 Objet et domaine d'application

Le présent chapitre spécifie une méthode de mesurage des épaisseurs de dépôts métalliques par examen de coupes au microscope électronique à balayage (SEM). Il s'agit d'une méthode destructive dont l'incertitude est inférieure à la plus grande des deux valeurs suivantes : 10 % ou 0,1 μm .

A.8.2 Définitions

Dans le cadre du présent chapitre, les définitions de l'ISO 2064 sont applicables.

A.8.3 Principe

Découpe, rectification et polissage d'un échantillon pour essai, dont une coupe du dépôt, et soumise à un examen métallographique à l'aide d'un SEM.

Mesurage de l'épaisseur sur une micrographie classique ou sur la photographie d'un signal vidéo en forme d'onde après un seul balayage du dépôt.

A.8.4 Appareillage

A.8.4.1 Microscope électronique à balayage (SEM), ayant un pouvoir séparateur de 50 nm. Des appareils appropriés sont en vente dans le commerce.

A.8.4.2 Micromètre de platine de SEM, pour l'étalonnage du grossissement du SEM. Ce micromètre doit avoir une incertitude de mesurage de 5 % (ou mieux) pour des grossissements de X 1 000 à X 20 000. Un micromètre de platine approprié est en vente dans le commerce.

A.8.5 Mode opératoire

A.8.5.1 Facteurs ayant une influence sur les résultats

Les facteurs suivants peuvent affecter la précision du mesurage de l'épaisseur de dépôt.

A.8.5.1.1 Rugosité superficielle

Si le dépôt ou le substrat présente une rugosité notable par rapport à l'épaisseur de dépôt, l'une ou l'autre des interfaces bordant la coupe du dépôt, ou les deux, peuvent s'avérer trop irrégulières pour permettre un mesurage exact de l'épaisseur moyenne dans le champ de vision.

A.8.5.1.2 Biseau de la coupe

Si le plan de la coupe n'est pas perpendiculaire au plan du dépôt, l'épaisseur mesurée sera supérieure à l'épaisseur vraie. Ainsi, un biseau de 10° par rapport à la normale donnera-t-il une erreur de 1,5 %.

A.8.5.1.3 Inclinaison de l'échantillon

Toute inclinaison de l'échantillon (dans le plan de coupe) par rapport au faisceau du microscope peut engendrer une imprécision de mesurage. L'instrument doit toujours être réglé pour une inclinaison nulle.

A.8.5.1.4 Déformation du dépôt

Une déformation préjudiciable du dépôt peut être due à une température ou une pression excessive pendant le montage et la préparation des coupes micrographiques de dépôts tendres ou de dépôts fondant à basse température ou encore à une abrasion excessive de matières fragiles pendant la préparation des coupes.

A.8.5.1.5 Arrondissement des rives de dépôt

Si la rive de la coupe de dépôt est arrondie, c'est-à-dire si la section transversale du dépôt n'est pas absolument plane jusqu'au bord, l'épaisseur observée peut différer de l'épaisseur vraie. L'arrondissement des rives peut être dû à une faute de montage, de rectification, de polissage ou de décapage à l'acide (voir A.9.1 et A.9.2).

A.8.5.1.6 Surdépôt

Un surdépôt est appliqué sur l'échantillon pour protéger les rives du dépôt pendant la préparation des coupes, et donc pour éviter les erreurs de mesurage. L'enlèvement du métal déposé pendant la préparation de surface avant surdépôt peut donner une mesure d'épaisseur inférieure.

A.8.5.1.7 Décapage à l'acide

Un décapage optimal donne une ligne sombre, étroite et clairement définie à l'interface des deux métaux. Une ligne large et mal définie peut engendrer une erreur de mesurage.

A.8.5.1.8 Souillures

Le polissage peut laisser des restes de métal qui cachent la délimitation vraie entre les deux métaux et engendrent une erreur de mesurage. Ce phénomène peut se produire avec les métaux tendres comme le plomb, l'indium et l'or. Pour déceler la présence de souillures, il faut répéter plusieurs fois les opérations de polissage, décapage et mesurage. Toute variation significative peut être signe de souillure.

A.8.5.1.9 Mauvais contraste

Le contraste noté à l'œil dans un SEM entre deux métaux de numéros atomiques proches est mauvais. Ainsi, des couches de nickel brillantes et semi-brillantes peuvent-elles n'être pas discernables si leur frontière n'est pas suffisamment mise à jour par décapage chimique approprié et autres techniques SEM. Pour certaines combinaisons de métaux, il peut être utile de recourir à des techniques aux rayons X dispersifs (voir chapitre A.10).

A.8.5.1.10 Grossissement

Pour une épaisseur de dépôt donnée, l'erreur de mesurage tend à croître quand le grossissement diminue. Il faut donc si possible choisir le grossissement de manière que le champ de vision représente de 1,5 à 3 fois l'épaisseur du dépôt.

L'affichage de grossissement d'un SEM est souvent moins précis que les 5 % de précision indiqués et, sur certains appareils, on a trouvé des grossissements variant de 25 % à travers le champ.

Les erreurs de grossissement sont minimisées par l'usage approprié d'un micromètre de platine de SEM.

A.8.5.1.11 Uniformité du grossissement

Le grossissement pouvant ne pas être uniforme sur tout le champ, des erreurs peuvent se produire si l'étalonnage et le mesurage ne sont pas effectués dans la même portion de champ. L'erreur peut être très importante.

A.8.5.1.12 Stabilité du grossissement

A.8.5.1.12.1 Le grossissement d'un SEM varie ou dérive souvent dans le temps. Cet effet est minimisé par le montage d'un micromètre de platine et de l'échantillon côte à côte sur la platine du microscope pour abréger le temps de transfert.

A.8.5.1.12.2 Un changement de grossissement peut se produire quand le réglage se fait à l'aide de la commande de mise au point et d'autres commandes électroniques du SEM. Ce changement est empêché si l'on n'utilise pas la commande de mise au point ou d'autres commandes électroniques après avoir photographié l'échelle du micromètre de platine sauf pour mettre au point à l'aide des commandes *x*, *y* et *z* de la platine. Une manipulation appropriée des commandes *x*, *y* et *z* amène la surface de l'échantillon jusqu'au foyer du faisceau du SEM.

A.8.5.1.13 Stabilité des micrographies

Des variations des dimensions des micrographies peuvent se produire avec le temps, les variations de température et d'humidité. Si l'on conserve ensemble la micrographie d'étalonnage de l'échelle du micromètre de platine et la micrographie de l'échantillon et qu'on laisse le papier micrographique se stabiliser, les erreurs de cette nature seront réduites au minimum.

A.8.5.2 Préparation des coupes

Préparer, monter, rectifier, polir et décapage à l'acide l'échantillon de manière que

- a) la coupe soit perpendiculaire au plan du dépôt;
- b) la surface soit plate et la totalité de l'image du dépôt soit au point en même temps, au grossissement utilisé pour le mesurage;
- c) tout le matériau déformé par la découpe soit éliminé;
- d) les limites de la coupe du dépôt soient nettement définies soit par leur aspect contrastant, soit par une ligne étroite bien nette;
- e) si l'on mesure un signal vidéo en forme d'onde, la trace du signal soit plate sauf aux deux extrémités limites du dépôt.

NOTE — Voir dans le chapitre A.9 la suite des conseils de préparation des échantillons.

A.8.5.3 Étalonnage des instruments

A.8.5.3.1 Généralités

Avant l'emploi, le SEM doit être étalonné à l'aide de son micromètre de platine (A.8.4.2) en portant une attention