
Norme internationale



4539

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

Revêtements électrolytiques de chrome — Essai de corrosion électrolytique (Essai EC)

Electrodeposited chromium coatings — Electrolytic corrosion testing (EC test)

Première édition — 1980-10-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4539:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0500d4a-11bb-4859-b829-eeeb2adf3676/iso-4539-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0500d4a-11bb-4859-b829-eeeb2adf3676/iso-4539-1980>

CDU 669.058 : 620.193.7

Réf. n° : ISO 4539-1980 (F)

Descripteurs : revêtement métallique, revêtement électrolytique, revêtement en chrome, essai, essai de corrosion, matériel d'essai.

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 4539 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| | | |
|-------------------------|---------------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Irlande | Roumanie |
| Allemagne, R.F. | Israël | Suède |
| Bulgarie | Italie | Suisse |
| Corée, Rép. de | Jamahiriya arabe libyenne | Tchécoslovaquie |
| Espagne | Japon | URSS |
| France | Mexique | USA |
| Hongrie | Nouvelle-Zélande | |
| Inde | Pologne | |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Revêtements électrolytiques de chrome — Essai de corrosion électrolytique (Essai EC)

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode rapide et précise pour l'évaluation des caractéristiques de résistance à la corrosion des dépôts électrolytiques cuivre-nickel-chrome et nickel-chrome sur des pièces moulées sous pression à base d'acier ou de zinc, prévues pour le service en plein air. Elle ne spécifie ni les périodes d'exposition appliquées pour essayer des produits donnés, ni l'interprétation des résultats.

1.2 Avant de spécifier cet essai, pour des systèmes de revêtements ou pour des matériaux autres que ceux décrits en 1.1, il y a lieu de déterminer si cet essai convient, et si une corrélation existe entre les résultats et l'expérience de service en plein air.

1.3 On réalise des conditions d'essai⁽¹⁾ permettant de dissoudre électrolytiquement les sous-couches de nickel par l'intermédiaire de discontinuités de la couche supérieure de chrome (mais sans toutefois attaquer le chrome), à une vitesse telle qu'une électrolyse de 2 min produise sensiblement le même effet de corrosion qu'une année de service en plein air⁽²⁾ (3). On maintient dans l'essai EC la même accélération de phénomène de corrosion par rapport à la vitesse de corrosion en plein air sur des éprouvettes où la zone de nickel mise à nu augmente rapidement (par exemple, les éprouvettes à forte densité de discontinuités) en passant d'un réglage à potentiel constant à un réglage à intensité constante dès qu'une densité de courant déterminée à l'avance est obtenue à la surface de l'éprouvette.

2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

2.1 Électrolytes

2.1.1 Électrolyte A, à utiliser dans les essais des éprouvettes ayant l'acier ou le zinc comme métal de base dont les aires de corrosion doivent être identifiées dans une solution indicatrice séparée.

Composition du bain, par litre :

| | |
|---|---------------------|
| Nitrate de sodium (NaNO ₃) | 10,0 g |
| Chlorure de sodium (NaCl) | 1,3 g |
| Acide nitrique (HNO ₃), concentré (ρ = 1,42 g/ml) | 5,0 ml |
| Eau (distillée) | compléter à 1 litre |

Durée de vie du bain : 900 C/l.

2.1.2 Électrolyte B, à utiliser dans les essais des éprouvettes ayant l'acier comme métal de base dont les aires de corrosion doivent être identifiées dans l'électrolyte même (voir chapitre 6).

Composition du bain par litre :

| | |
|--|---------------------|
| Nitrate de sodium (NaNO ₃) | 10,0 g |
| Chlorure de sodium (NaCl) | 1,0 g |
| Acide nitrique (HNO ₃), concentré (ρ = 1,4 g/ml) | 5,0 ml |
| Chlorhydrate de 1-10 phénantroline | 1,0 g |
| Eau (distillée) | compléter à 1 litre |

Durée de vie du bain : 200 C/l ou jusqu'à ce que la couleur de la solution masque la couleur apparaissant dans l'aire de corrosion.

2.2 Solutions indicatrices

2.2.1 Solution C, à utiliser pour l'identification des aires de corrosion sur des éprouvettes ayant le zinc comme métal de base, après électrolyse.

Composition du bain par litre :

| | |
|---|---------------------|
| Acide acétique (CH ₃ COOH), cristallisable | 2 ml |
| Quinoléine (C ₉ H ₇ N) | 8 ml |
| Eau (distillée) | compléter à 1 litre |

Durée de vie du bain : jusqu'à ce que la turbidité de la solution masque le flux trouble qui se forme dans l'aire de corrosion.

2.2.2 Solution D, à utiliser pour l'identification des aires de corrosion sur des éprouvettes ayant l'acier comme métal de base, après électrolyse.

Composition du bain par litre :

| | |
|---|---------------------|
| Acide acétique (CH ₃ COOH), cristallisable | 2 ml |
| Thiocyanate de potassium (KCNS) | 3 g |
| Peroxyde d'hydrogène (H ₂ O ₂), 30 % (m/m) | 3 ml |
| Eau (distillée) | compléter à 1 litre |

Durée de vie du bain : jusqu'à ce que la couleur de la solution masque la couleur apparaissant dans l'aire de corrosion.

3 Appareillage (voir figure 1 et l'annexe)

3.1 Potentiostat, capable d'ajuster le potentiel de l'anode dans les limites $\pm 0,002$ V, ayant une capacité minimale de $3,3 \text{ mA/cm}^2$ (33 A/m^2) de surface soumise à l'essai.

3.2 Cellule d'électrolyse, de dimensions convenables pour contenir une quantité d'électrolyte suffisante pour recouvrir l'éprouvette (anode), la cathode et l'électrode de référence. Lorsque la cellule est utilisée à la fois pour l'électrolyse et pour l'indication de la corrosion des éprouvettes en acier revêtu, avec un électrolyte contenant un indicateur approprié pour l'acier (voir 2.1.2), cette cellule doit présenter des parois plates et transparentes et un fond muni d'un moyen d'éclairage uniforme.

3.3 Cuve à solution indicatrice, ayant des parois plates et transparentes, munie de moyens d'éclairage uniforme du fond pour les essais d'éprouvettes en acier comme métal de base, et de moyens d'éclairage des parois et obscurcissement du fond, pour les essais d'éprouvettes ayant le zinc comme métal de base.

3.4 Cathode en métal insoluble, tel que tantale platiné, d'aire suffisante pour avoir une densité appropriée du courant anodique.

3.5 Électrode au calomel saturé (SCE), d'un taux de fuite d'environ $8 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{s}$ ($3 \text{ mm}^3/\text{h}$), utilisée comme électrode de référence.

3.6 Capillaire Luggin en verre,^[4] muni d'une pointe de diamètre intérieur de 1 mm environ et de diamètre extérieur de 2 mm environ, fixé sur un tube en verre d'un diamètre intérieur suffisant pour permettre l'introduction de l'électrode SCE (3.5).

3.7 Chronomètre électrique, pour relever la durée de passage du courant avec une précision de 0,1 min (6 s).

3.8 Pince en forme de "C", avec vis à pointe trempée pour assurer un bon contact électrique avec l'éprouvette.

3.9 Matériaux de masquage (peinture ou bande), destinés à être appliqués sur les surfaces immergées dans l'électrolyte qui ne doivent pas être soumises à l'essai (telles que les bords coupés et l'envers de l'éprouvette).

4 Conditions opératoires

4.1 Densité maximale du courant de l'éprouvette : $3,3 \text{ mA/cm}^2$.

4.2 Potentiel de l'éprouvette (par rapport à SCE) : $+ 0,3 \text{ V}$.

NOTE — Ce potentiel pourra être inférieur si nécessaire, afin de maintenir la densité maximale du courant de l'éprouvette (voir aussi note après 5.8).

4.3 Cycle du courant : passage, 1 min, et interruption, environ 2 min.

NOTE — Si l'on se contente de mesures moins précises, le cycle pourra être : passage, 2 min, et coupure, environ 2 min.

5 Mode opératoire

5.1 Choisir la partie de l'éprouvette destinée à être soumise à l'essai. Si nécessaire, découper l'éprouvette pour isoler la partie voulue.

5.2 Recouvrir d'une peinture ou d'une bande isolante, l'envers, les bords et les parties de la surface frontale exposés par ailleurs à l'interface électrolyte-air.

5.3 Déterminer l'aire qui doit être soumise à l'essai et calculer la valeur maximale du courant, sur la base de $3,3 \text{ mA/cm}^2$.

5.4 Nettoyer l'aire d'essai en frottant légèrement avec une pâte d'oxyde de magnésium (MgO) appliquée sur de la ouate, jusqu'à ce que la surface soit exempte de discontinuités d'eau.

5.5 Rincer à fond à l'eau courante propre.

5.6 Placer l'éprouvette dans la cellule d'électrolyse en attachant la pince en C (voir figure 1). Remplir la cellule de l'électrolyte A, à la hauteur requise. Placer le bout de l'électrode en calomel à moins de 2 mm de l'éprouvette. Faire les connexions nécessaires. Régler le potentiostat de façon que l'éprouvette (anode) soit à un potentiel de $+ 0,3 \text{ V}$ par rapport à l'électrode SCE (voir 4.2).

5.7 Commencer l'électrolyse et déclencher en même temps le chronomètre. Enregistrer l'intensité de courant (voir figure 2).

5.8 Poursuivre l'électrolyse pendant $60 \pm 2 \text{ s}$ (voir 4.3).

NOTE — La densité du courant au commencement de l'électrolyse dépend de l'aire initiale de nickel exposée par les pores ou les fissures de la couche de chrome. Le taux relatif de la densité des discontinuités du chrome peut être déterminé immédiatement en comparant la densité initiale du courant de l'éprouvette avec celle connue pour de bonnes éprouvettes, bien que des erreurs importantes imprévisibles puissent apparaître, dans le cas des discontinuités de faible valeur, du fait que la surface du chrome conduit aussi un courant faible ($0,001 \text{ mA/cm}^2$), lorsqu'on a un potentiel d'anode de $+ 0,3 \text{ V}$ par rapport à SCE. Si, à un moment quelconque, la densité du courant tend à dépasser $3,3 \text{ mA/cm}^2$, le potentiel appliqué doit être réduit de manière à maintenir cette valeur. Si une éprouvette est soumise à une densité de courant anodique suffisamment élevée pour oxyder le chrome anodiquement en ions Cr^{6+} (ce qui est mis en évidence par la couleur orange caractéristique), l'essai est déclaré non valable et l'éprouvette et l'électrolyte doivent être jetés.

5.9 Arrêter l'électrolyse et le chronomètre.

5.10 Retirer l'éprouvette et la laver à l'eau courante pure.

5.11 Transférer les éprouvettes de zinc comme métal de base

dans la solution indicatrice C (voir 2.2.1) et celles en acier comme métal de base dans la solution indicatrice D (voir 2.2.2).

5.12 Observer la surface des éprouvettes afin de déceler la présence de flux rouges dans le cas de l'acier ou de flux à précipités blancs provenant d'une ou de plusieurs aires de corrosion dans le cas du zinc. Ceci est l'indice d'une pénétration du revêtement et d'une corrosion du matériau de base.

NOTE — Si l'on désire enregistrer de façon permanente l'état de l'éprouvette, les sites de corrosion du métal de base peuvent être redéveloppés dans tout essai courant de corrosion accélérée, tel que l'essai CASS^[5], par exposition de 1 à 4 h.

5.13 Retirer l'éprouvette, la rincer à l'eau courante propre, et l'immerger de nouveau dans l'électrolyte A (voir 2.1.1).

5.14 Répéter les opérations de 5.6 à 5.13 jusqu'à l'expiration de la durée requise pour l'électrolyse.

NOTE — La durée de l'électrolyse est déterminée par la durée de service simulée; c'est ainsi qu'une durée d'électrolyse de 2 min est équivalente approximativement à 1 année d'exposition à Détroit, Michigan, USA. L'étendue d'une corrosion peut être déterminée selon l'une des méthodes suivantes :

- a) La densité, le rayon et la pénétration des piqûres dans les dépôts de nickel peuvent être mesurés facilement par un microscope interférentiel après élimination du chrome.
- b) La pénétration complète dans la sous-couche métallique peut être décelée par la solution indicatrice appropriée (voir 2.2.1 ou 2.2.2).

5.15 Arrêter l'électrolyse et le chronomètre, et enregistrer le temps total de passage du courant.

6 Variante applicable uniquement dans le cas d'éprouvettes en acier

NOTE — On peut supprimer la manipulation périodique des éprouvettes de la cellule d'électrolyse à la solution indicatrice, en utilisant l'élec-

trolyte B qui renferme un indicateur. Bien que plus cher et d'une durée de service plus courte que l'électrolyte A, l'électrolyte B est souvent préféré, surtout si de petites éprouvettes doivent être soumises aux essais.

6.1 Répéter les étapes 5.1 à 5.9.

6.2 Agiter l'électrolyte un court instant et maintenir l'éprouvette dans l'électrolyte pendant 2 min.

6.3 Observer la surface de l'éprouvette pour voir si apparaissent des flux rouges, indiquant une corrosion du métal de base.

6.4 Répéter les étapes 5.8, 5.9, 6.2 et 6.3 jusqu'à l'expiration de la durée requise pour l'électrolyse (voir note en 5.14).

6.5 Arrêter l'électrolyse et le chronomètre, et enregistrer le temps total de passage du courant.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit renfermer les indications suivantes :

7.1 Le type et l'identification du produit testé.

7.2 Une référence à la présente Norme internationale.

7.3 Le résultat de l'essai.

7.4 Mention de la procédure utilisée : 5 ou 6.

7.5 Tout écart, convenu ou non, par rapport au mode opératoire décrit.

7.6 Date de l'essai.

Annexe

Notes concernant l'appareillage

A.1 Potentiostat (régulateur à potentiel constant)

Le potentiostat convenant pour l'essai EC doit être capable de maintenir le potentiel appliqué à ± 2 mV. Il doit comporter un circuit de «fonctionnement» et un circuit de «réserve» pour faciliter l'interruption du courant d'électrolyse sans risque de détérioration de l'instrument par suite d'une surintensité. Il doit être également pourvu d'un milliampèremètre à plusieurs paliers de mesure permettant le contrôle de l'intensité maximale durant l'essai.

A.2 Électrode de référence

L'électrode de référence est une électrode au calomel saturé, demi-cellule du type à bout fibreux. Ce type à faible fuite est recommandé pour réduire la diffusion d'ions Hg^+ dans l'électrolyte EC.

A.3 Cellule d'essai

Les dimensions et la forme de l'éprouvette plaquée déterminent les dimensions de la cellule d'électrolyse. Elle doit être construite en un matériau non-conducteur ou revêtue d'un tel matériau. Pour les essais nécessitant des observations lors de l'électrolyse (méthode indicatrice), un matériau transparent est recommandé.

A.4 Éclairage de la cellule (facultatif)

Un éclairage convenable facilite l'observation de la pénétration de dépôts (méthode indicatrice) durant, et/ou après l'électrolyse. Un moyen satisfaisant d'éclairage peut être obtenu en plaçant la cellule sur une plaque translucide uniformément éclairée. Des tubes fluorescents sont utilisés pour minimiser les échauffements locaux.

A.5 Agitation

On utilise une simple baguette ou spatule inerte du point de vue électrique et chimique.

A.6 Dispositif de mesure du temps

Bien que certains essais aient été effectués avec un chronomètre ou d'autres instruments de mesure du temps, on utilise de préférence un mesureur électrique réglable. Il doit être monté dans le circuit principal du potentiostat, un interrupteur commun actionnant les deux instruments.

A.7 Microscope

Un microscope interférentiel est réalisé par montage d'un objectif à interférence sur un microscope vertical normal. Le microscope doit être également muni d'un bouton de réglage fin de la mise au point et d'un oculaire à réticules (bifilaire) calibré. La source lumineuse est une lampe à tungstène à intensité réglable.

A.8 Bande ou peinture de masquage

Une bande ou peinture isolante est utilisée pour isoler l'aire d'essai et les aires non significatives conductrices, de la réaction électrochimique ayant lieu lors de l'essai. Une bande résistante aux agents chimiques est recommandée. Les vernis de masquage utilisés pour les dépôts électrolytiques peuvent être également appliqués avec des résultats satisfaisants.

A.9 Fils et pinces

Tous les fils conducteurs doivent être isolés et présenter une section appropriée pour le courant anodique. Le fil de cuivre (diamètre 1,6 mm) est satisfaisant pour l'intensité maximale du courant du potentiostat (15A). Les pinces et les contacts doivent être du type à vis, afin de fournir des connexions de faible résistance.

A.10 Cathode

Une grille en tantale ou titane expansé, à revêtement de platine et dont les dimensions sont dans le rapport cathode-anode de 1 : 1, est recommandée. Une grande variété de largeurs de mailles est disponible.

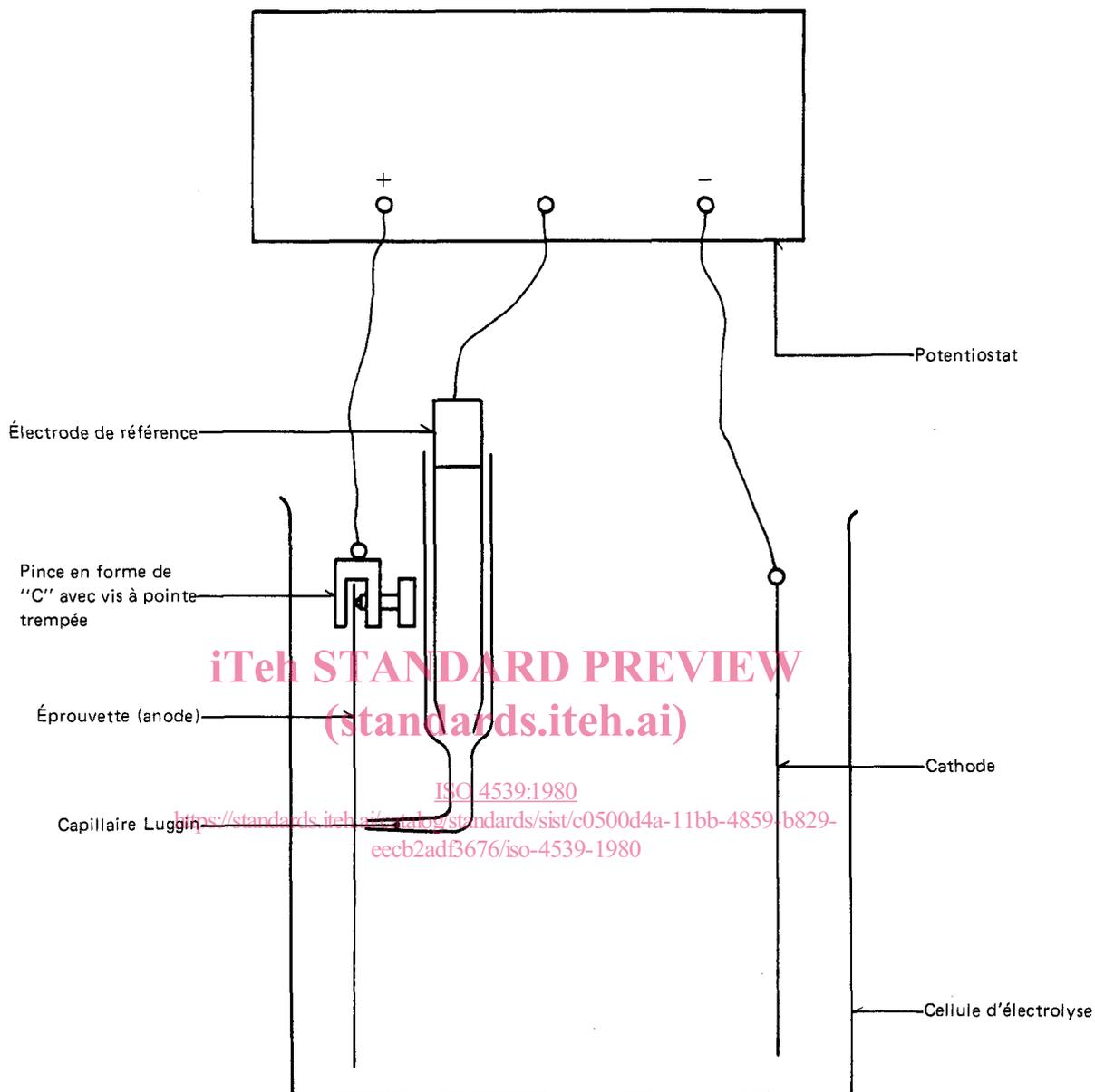


Figure 1 – Schéma de l'appareillage utilisé pour l'essai EC

| Éprouvette avec revêtement électrolytique | | | Date |
|---|---------------|-----------|-----------|
| Potentiel de l'anode, par rapport à SCE (V) | Intensité (A) | Temps (s) | Remarques |
| | | | |

Figure 2 – Formulaire proposé pour enregistrer les données de l'essai

Bibliographie

- [1] SAUR, R.L., *Plating 53*, p. 35 (1966).
- [2] SAUR, R.L., *Plating 53*, p. 320 (1966).
- [3] SAUR, R.L., *Plating 53*, p. 981 (1966).
- [4] POTTER, E.C., *Electrochemistry*, pp. 190-191 (1956). (Publié par Cleaver Hume Press Ltd., London, England).
- [5] ISO 3770, *Revêtements métalliques — Essais au brouillard salin cupro-acétique* (Essai CASS).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4539:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0500d4a-11bb-4859-b829-eeeb2adf3676/iso-4539-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0500d4a-11bb-4859-b829-eeeb2adf3676/iso-4539-1980>