

---

# Norme internationale



# 8401

---

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

---

## Revêtements métalliques — Vue d'ensemble sur les méthodes de mesurage de la ductilité

*Metallic coatings — Review of methods of measurement of ductility*

Première édition — 1986-07-15

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 8401:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9bc22863-a31e-48e0-bd7d-b324933bab87/iso-8401-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9bc22863-a31e-48e0-bd7d-b324933bab87/iso-8401-1986>

---

CDU 621.793 : 620.1 : 539.52

Réf. n° : ISO 8401-1986 (F)

Descripteurs : revêtement, revêtement métallique, essai, essai mécanique, essai de ductilité, ductilité.

## 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 8401 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

[ISO 8401:1986](#)

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
1 Objet et domaine d'application .....	1
2 Définitions .....	1
3 Essais sur feuilles détachées de leur substrat .....	1
3.1 Essai de traction .....	2
3.2 Essai de flexion au micromètre .....	2
3.3 Essai de pliage à l'étai .....	3
3.4 Essai de bombement hydraulique .....	3
3.5 Essai de bombement mécanique .....	4
4 Essais sur feuilles avec leur substrat .....	4
4.1 Essai de traction .....	5
4.2 Essai de pliage trois points .....	5
4.3 Essai de pliage quatre points .....	5
4.4 Essai de pliage sur mandrins cylindriques .....	6
4.5 Essai de pliage sur mandrin à rayon décroissant .....	6
4.6 Essai de pliage sur mandrin conique .....	6
4.7 Essai de bombement mécanique .....	6
5 Choix de la méthode d'essai .....	7
6 Procès-verbal d'essai .....	7
<b>Annexes</b>	
A Méthodes de production des feuilles .....	8
B Calcul de la ductilité après accroissement de la surface de la feuille essayée (bombement) .....	9
C Calcul de la ductilité et de la résistance à la traction dans l'essai de bombement hydraulique .....	10
D Calcul de la ductilité dans l'essai de bombement mécanique .....	11
<b>Bibliographie</b> .....	31

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itih.ai)

ISO 8401:1986

https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/9bc22865-a31e-48e0-bd7d-b439

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 8401:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9bc22863-a31e-48e0-bd7d-b324933bab87/iso-8401-1986>

# Revêtements métalliques — Vue d'ensemble sur les méthodes de mesurage de la ductilité

## 1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie un certain nombre de méthodes de mesurage de la ductilité de revêtements métalliques de moins de 200  $\mu\text{m}$  d'épaisseur obtenus par déposition électrolytique, déposition autocatalytique ou autre procédé utilisable (voir la note).

Les méthodes de mesurage de la ductilité des revêtements métalliques peuvent se ranger en deux grandes catégories :

- les mesurages sur feuilles détachées de leur substrat;
- les mesurages sur feuilles avec leur substrat.

NOTE — Toute méthode d'essai particulière figurant dans les Normes internationales de revêtement doit être utilisée de préférence aux méthodes décrites dans la présente Norme internationale et doit faire l'objet d'un accord préalable entre le fournisseur et le client.

1.2 Dans les mesurages sur feuilles détachées de leur substrat (voir figure 1), les feuilles pouvant être constituées d'une ou plusieurs couches métalliques, il est possible de mesurer la ductilité de la feuille composite et de déterminer l'influence des diverses couches dans la ductilité totale. Les méthodes de mesurage des feuilles détachées de leur substrat sont décrites dans le chapitre 3. Les méthodes de fabrication des feuilles sont étudiées dans l'annexe A.

1.3 Dans les mesurages sur feuilles avec leur substrat (voir figure 2), le plus grand soin doit être apporté à déterminer le point exact d'amorce de fissuration de la couche supérieure. Différentes méthodes sont utilisables à cet effet, soit à l'œil nu ou corrigé, soit à l'aide d'une loupe. Ces méthodes peuvent également servir à détecter une fragilisation du substrat qui peut résulter du mode de revêtement. Les méthodes de mesurage des feuilles sur leur substrat sont décrites dans le chapitre 4.

1.4 Bien que la ductilité soit une propriété du matériau n'ayant rien à voir avec les dimensions des éprouvettes, l'épaisseur du revêtement peut avoir une influence sur la valeur de l'allongement linéaire ( $\Delta l/l_0$ ).

1.4.1 Les couches très minces ont des propriétés différentes car le substrat a une influence sur la superposition des premières couches (épitaxie). Ces couches peuvent être le siège de contraintes internes élevées qui peuvent jouer sur la ductilité.

1.4.2 Il est essentiel que l'éprouvette ait une épaisseur uniforme, les endroits plus minces pouvant favoriser une fissura-

tion précoce. De même, la densité de courant est plus faible aux endroits minces et plus forte aux endroits épais des éprouvettes à dépôt électrolytique. Ces différences de densité de courant peuvent ainsi donner lieu à des différences de ductilité. La densité de courant doit donc être maintenue aussi uniforme que possible sur toute l'éprouvette et la valeur correspondante doit être notée.

## 2 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

2.1 **ductilité**: Aptitude d'un revêtement métallique ou autre à subir une déformation plastique ou élastique ou une combinaison des deux, sans se rompre ni se fissurer.

2.2 **allongement linéaire**: Quotient de l'allongement,  $\Delta l$ , par la longueur initiale donnée,  $l_0$ , d'une éprouvette. C'est une mesure de la ductilité.

Ce rapport est souvent exprimé en pourcentage.

### NOTE SUR LES MESURAGES DE DUCTILITÉ

Normalement, les éprouvettes s'allongent. Dans certains essais de pliage, c'est la couche supérieure de l'éprouvette, c'est-à-dire le revêtement, qui s'allonge (voir figure 3). Dans les essais de bombement toutefois, la surface de la feuille s'élargit et il faut donc calculer l'allongement linéaire en fonction de la diminution d'épaisseur. Ne tenir compte que d'une seule composante axiale de la déformation (étirage) donnerait de fausses informations quant à la ductilité du matériau (voir figure 4). L'amincissement de la feuille, calculé en fonction de l'augmentation de la surface, est dans ce cas une meilleure mesure de la ductilité du matériau (voir annexe B).

## 3 Essais sur feuilles détachées de leur substrat

Cette technique procède par mesurage d'une feuille métallique qui a été détachée de son substrat (voir figure 1). La feuille à mesurer peut aussi être composée de plusieurs couches, ce qui permet de mesurer l'influence des sous-couches sur la ductilité de la feuille-sandwich ou composite. Parmi les exemples de ce genre de feuilles, on peut citer les voiles d'or sur les alliages d'or

et de cuivre et les dépôts de nickel chromé. La manière dont sont produites les feuilles détachées est expliquée dans l'annexe A.

Cinq méthodes sont décrites.

### 3.1 Essai de traction

#### 3.1.1 Principe

Détermination de l'allongement linéaire d'une feuille fixée entre les mors d'une machine d'essai de traction. Ce type de contrainte allonge la feuille mais diminue également tant sa largeur que son épaisseur.

#### 3.1.2 Appareillage

Cette méthode fait usage des appareillages classiques d'essai mécanique disponibles dans le commerce et dans de nombreux laboratoires métallurgiques.<sup>[1]</sup> Dans certains cas d'application, il est possible d'utiliser un appareillage d'essai de traction adapté à l'examen micrographique en cours d'essai.

#### 3.1.3 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes prélevées sur des feuilles métalliques par usinage, cisailage ou poinçonnage, ou préparées par photoimpression à l'aide de laques ou de feuilles photosensibles pressées sur un substrat adéquat. Après développement du motif, l'éprouvette acquiert sa forme définitive par déposition électrolytique. Une méthode similaire consiste à usiner, par voie chimique ou électrochimique, une éprouvette de la forme désirée dans une feuille métallique sur laquelle a été appliqué un dépôt résistant adéquat, soit photosensible, soit obtenu par sérigraphie. Ces dernières méthodes sont très largement utilisées dans l'industrie des circuits imprimés. Les circuits sont habituellement de forme rectangulaire mais peuvent être élargis aux extrémités pour éviter de se briser dans les mors de serrage (voir figure 7).

Certains modes de préparation des éprouvettes peuvent provoquer des microfissurations au niveau des rives qui engendrent des défaillances précoces et des résultats erratiques. Il est préférable, pour éviter ces défauts des rives, de préparer les éprouvettes par électroformage ou photoimpression.

Les éprouvettes revêtues à leur forme définitive peuvent présenter des rives plus épaisses si l'on ne prévoit pas un moyen de protection quelconque pour garantir l'uniformité de la répartition du courant (voir figure 10).

Tracer des repères équidistants sur la surface de l'éprouvette de la manière indiquée à la figure 7. Déterminer la distance entre les repères avant l'essai.

#### 3.1.4 Mode opératoire

Serrer l'éprouvette entre les mors de la machine d'essai de traction et solliciter à une vitesse de traction déterminée. Mesurer à nouveau la distance entre les repères après essai sur les éprouvettes (voir figure 8).

### 3.1.5 Expression des résultats

#### 3.1.5.1 Mode de calcul

La ductilité,  $D$ , exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation

$$D = \frac{l_1 + l_2 - l_0}{l_0} \times 100$$

où

$l_0$  est la distance entre repères avant essai;

$l_1 + l_2$  est la distance entre repères après essai.

#### 3.1.5.2 Coefficient de variation

Les éprouvettes préparées par voie mécanique peuvent présenter des coefficients de variation  $s/\bar{D}$  (où  $s$  est l'écart-type et  $\bar{D}$  est la ductilité moyenne) allant jusqu'à 20 %.

L'électrodéposition, avec boucliers de protection permettant une bonne uniformité du courant, donne des éprouvettes ayant des coefficients de variation plus faibles.

### 3.1.6 Remarques

3.1.6.1 L'étirement de l'éprouvette en goulot de bouteille (voir figure 8) peut aussi nécessiter une mesure de variations infinies de largeurs exigeant l'usage d'un microscope à vernier.

3.1.6.2 De même, le montage d'éprouvettes minces et fragiles entre les mors de la machine d'essai de traction peut donner naissance à des précontraintes qui diminuent d'autant la valeur réelle de l'allongement.

3.1.6.3 Il faut veiller enfin à ne pas tordre les éprouvettes (voir figure 9).

3.1.6.4 Lorsque ces sources d'erreur (3.1.6.1 à 3.1.6.3) ne peuvent pas être éliminées, il est préférable de recourir à d'autres méthodes de mesure de la ductilité.

## 3.2 Essai de flexion au micromètre

### 3.2.1 Généralités

Cette méthode ne convient qu'à l'évaluation des feuilles métalliques présentant une ductilité peu élevée.<sup>[2]</sup> Les valeurs obtenues n'ont aucun lien avec les valeurs obtenues par d'autres méthodes. Cet essai convient bien aux métaux fragiles, tel le nickel brillant.

### 3.2.2 Appareillage

Micromètre.

### 3.2.3 Préparation des éprouvettes

Découper, sur les feuilles d'essai d'environ 25 à 40  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, des bandes d'environ 0,5 cm  $\times$  7,5 cm. Cet essai présente les mêmes difficultés que l'essai décrit en 3.1. Mesurer

l'épaisseur des éprouvettes au point de flexion, à l'aide d'un appareil ou d'une méthode permettant de déterminer l'épaisseur à  $\pm 5\%$  de sa valeur nominale.

### 3.2.4 Mode opératoire

Fléchir l'éprouvette en U, puis la placer entre les mors du micromètre de façon que la pliure demeure entre les mors. Fermer lentement les mors du micromètre jusqu'à rupture de la bande.

Noter la lecture micrométrique et l'épaisseur de la bande (voir figure 11).

Effectuer l'essai au moins en double.

### 3.2.5 Expression des résultats

#### 3.2.5.1 Mode de calcul

Calculer la moyenne des relevés micrométriques (voir 3.2.4).

La ductilité,  $D$ , exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation

$$D = \frac{\delta}{2\bar{r} - \delta} \times 100$$

où

$\delta$  est l'épaisseur de l'éprouvette;

$2\bar{r}$  est la moyenne des relevés micrométriques.

#### 3.2.5.2 Erreur limite

La valeur de  $D$  augmentant plus rapidement que celle de  $\delta$ , il faut mesurer  $\delta$  avec beaucoup de précision. Si une feuille de  $20\ \mu\text{m}$  apparaît mesurer  $25\ \mu\text{m}$ , l'erreur limite, pour  $2\bar{r} = 0,5\ \text{cm}$  par exemple, sera traitée comme suit :

$$D_1 = \frac{20 \times 10^{-4}}{0,5 - 20 \times 10^{-4}} \times 100 = 0,4\ \%$$

$$D_2 = \frac{25 \times 10^{-4}}{0,5 - 25 \times 10^{-4}} \times 100 = 0,5\ \%$$

c'est-à-dire une erreur limite de  $0,5 - 0,4 = 0,1\ \%$ .

Une épaisseur de  $25\ \mu\text{m}$  donnera des résultats de  $25\ \%$  plus élevés qu'une épaisseur de  $20\ \mu\text{m}$ .

Il est évident que la reproductibilité de la méthode ne sera assurée que si  $\delta$  est mesurée à  $1\ \mu\text{m}$  près et  $2r$  à  $0,01\ \text{cm}$  près.

## 3.3 Essai de pliage à l'étai

### 3.3.1 Généralités

Bien qu'il s'agisse d'un essai simple et de quelque utilité, sa nature et l'érouissage qui en résulte ainsi que d'autres facteurs encore font qu'il peut donner des mesures erronées de la ductilité. Les résultats sont également affectés par l'épaisseur de l'éprouvette bien que l'influence de ce facteur ne puisse pas être calculée.

### 3.3.2 Appareillage

**Étau ordinaire**, muni de deux petits mors usinés pour maintenir l'éprouvette (voir figure 13).

### 3.3.3 Préparation des éprouvettes

Découper des bandes rectangulaires de  $1\ \text{cm}$  de largeur et  $5\ \text{cm}$  de longueur dans des feuilles métalliques.

### 3.3.4 Mode opératoire

Serrer une éprouvette entre les mors de l'étau. La plier rapidement à  $90^\circ$  dans un sens, puis à  $180^\circ$  dans l'autre sens, par pliage alternés jusqu'à la rupture.

### 3.3.5 Expression des résultats

Le nombre de pliages constitue la mesure de la ductilité.

## 3.4 Essai de bombement hydraulique

### 3.4.1 Généralités

L'essai de bombement hydraulique peut servir à mesurer avec précision la ductilité de tôles minces. Comme il ne nécessite aucun usinage, il est nécessaire de réaliser un alignement axial, comme pour l'essai de traction et l'essai est particulièrement bien adapté à la mesure de la ductilité des matériaux ductiles. Le manque d'appareillages commercialisés a jusqu'à présent empêché un plus grand usage de cette méthode. [3]

### 3.4.2 Principe (voir figure 14)

Serrage d'une éprouvette entre un cylindre et une plaque. Cette plaque présente une ouverture circulaire de même diamètre que le cylindre. Augmentation douce et graduelle de la pression d'eau pour donner à l'éprouvette une forme de calotte, jusqu'à ce que la feuille explose.

### 3.4.3 Appareillage

Voir figure 15.

### 3.4.4 Mode opératoire

Dans l'appareillage représenté de façon schématique à la figure 15, remplir le cylindre d'eau jusqu'au bord. Placer l'éprouvette à la surface de l'eau. Placer la plaque, qui a la forme d'un cône creux, sur l'éprouvette pour serrer solidement celle-ci en position.

Remplir le cône creux avec de l'eau d'un réservoir placé à proximité. Le trop-plein d'eau passe dans un tube de niveau en verre. Lorsque le niveau d'eau dépasse le repère photosensible, le robinet commandant l'alimentation en eau se ferme. Le moteur se met en marche et élève lentement l'élément photosensible. L'arrivée de l'élément photosensible au niveau du ménisque fait dévier la trajectoire du faisceau lumineux; la chute de tension qui en résulte coupe le moteur.

La pression s'exerçant sous l'éprouvette est accrue par le piston plongeant. Lorsque le mécanisme du tube de niveau commence

à monter, le moteur se met automatiquement en marche et l'élément photosensible suit la montée du niveau d'eau. Un potentiomètre permet d'enregistrer sur un enregistreur  $x-y$  l'augmentation de volume.

Un capteur de pression monté dans le cylindre enregistre simultanément la pression s'exerçant sur la face inférieure de la feuille. Dans la version commerciale de cet appareillage, un manostat sert à couper le moteur au moment de l'éclatement de sorte qu'on peut lire directement sur le système d'affichage numérique du potentiomètre le volume total d'eau déplacée.

### 3.4.5 Expression des résultats

#### 3.4.5.1 Mode de calcul

La ductilité du métal de l'éprouvette peut être calculée en fonction du volume d'eau déplacée qui est égal au volume de la calotte. La ductilité, exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation établie et discutée dans l'annexe C. On peut de même déterminer la résistance à la traction de la feuille métallique à partir de la pression d'éclatement (voir annexe C).

#### 3.4.5.2 Coefficient de variation

La feuille n'étant vérifiée qu'en son centre ( $\phi$  3 cm), la densité de courant et l'épaisseur sont probablement plus constantes que dans le cas des essais de traction. On arrive ainsi facilement à un coefficient de variation  $s/\bar{D}$  de 0,05, soit 5 %.

#### 3.4.6 Remarques

Les piqûres de la feuille d'essai sont une source possible d'erreur. Ces piqûres peuvent être détectées au préalable par la méthode de la « chandelle ». Il suffit de disposer d'une ampoule électrique de 100 W dans une boîte percée d'un trou de diamètre légèrement inférieur à l'ouverture de la plaque ou du cône.

Dans le cas de piqûres, il est possible de placer sous la feuille essayée une feuille en plastique très mince qui empêchera l'eau de passer.

L'examen visuel permet de détecter le moment de fissuration.

L'arrêt du moteur de l'élément photosensible à ce moment donne une assez bonne indication de la ductilité de la feuille poreuse.

## 3.5 Essai de bombement mécanique

### 3.5.1 Généralités

L'essai de bombement mécanique est similaire à l'essai de bombement hydraulique à cela près que la calotte est formée par des moyens mécaniques (voir schéma de la figure 16).

### 3.5.2 Appareillage

On ne dispose d'aucun appareillage tout près pour mesurer la ductilité des feuilles minces, mais il est facile d'en constituer un.

Deux types de matériels sont utilisables. Le plus simple se compose d'un micromètre, d'une tige terminée par une bille en acier et de deux plaques circulaires présentant chacune en leur centre une ouverture circulaire<sup>[4]</sup> (voir figure 17).

### 3.5.3 Mode opératoire

Placer une éprouvette entre les plaques circulaires. Serrer solidement les deux plaques à l'aide de deux vis et pousser doucement l'éprouvette vers le haut en tournant le micromètre. Lire sur le micromètre le parcours effectué par la bille d'acier depuis son premier contact avec l'éprouvette au point de l'amorce de fissuration.

Le premier contact entre la bille d'acier et l'éprouvette se détecte par voie électrique. Une lampe à piles est placée dans la plaque supérieure en laiton de manière à s'allumer instantanément au contact de la bille et de l'éprouvette. La lampe reste allumée pendant tout l'essai.

Le repérage visuel de l'amorce de fissuration s'effectue à l'aide d'une loupe (grossissement X 15) fixée sur la plaque supérieure (mais non représentée à la figure 17).

### 3.5.4 Expression des résultats

Il est possible de calculer la ductilité en fonction de la hauteur du cône par mesurage de la diminution d'épaisseur de l'éprouvette (voir annexe D).

### 3.5.5 Cas particuliers

Il peut, toutefois, être préférable d'adopter un mode opératoire légèrement modifié. Dans l'appareillage représenté schématiquement aux figures 18, 19 et 20, la bille d'acier demeure stationnaire et c'est les deux plaques et l'éprouvette qui descendent actionnées par le moteur jusqu'à rupture de l'éprouvette.

L'instrument est placé sous un microscope qui permet d'observer les amorces de fissuration sous un grossissement de X 70. En début d'essai, le moteur s'arrête quand le contact est établi entre la bille d'acier et l'éprouvette. Au moment de la fissuration, le moteur est arrêté à la main. La hauteur du cône est mesurée par le déplacement d'un potentiomètre linéaire ayant un pouvoir de résolution de 5  $\mu\text{m}$ .

L'appareillage entraîné par moteur permet plus facilement d'obtenir de bons résultats, car

- il n'y a pas de moment de torsion de la bille d'acier contre l'éprouvette comme dans le cas du micromètre à vis;
- un microscope à éclairage interférentiel du type Nomarski donne avec plus de fiabilité le moment d'apparition des premières fissures;
- le mesurage électrique de la hauteur du cône est plus précis qu'un mesurage micrométrique;
- un meilleur éclairage et la distance constante entre le microscope et le sommet du cône donnent des données plus reproductibles que le micromètre. On arrive ainsi facilement à un coefficient de variation  $s/\bar{D}$  de 0,05, soit 5 %.

## 4 Essais sur feuilles avec leur substrat

Cette technique implique la mesure du substrat en même temps que celle de la feuille (voir figure 2). Dans ce cas, il est extrêmement important de détecter le point exact de fissuration de la



couche supérieure. Différentes méthodes permettent cette détection, soit à l'œil nu, soit à l'aide d'un microscope. Voir les indications données pour chaque méthode.

Sauf donc pour les dépôts électrolytiques très fragiles, il importe que le substrat soit très ductile. Les substrats les mieux adaptés sont le cuivre ou le laiton recuit, ou un plastique du type ABS. Avec les plastiques ABS revêtus d'un dépôt électrolytique, on peut découvrir exactement le moment de fissuration par enregistrement de la résistance électrique de la couche essayée pendant l'essai (voir figure 21). Dans certains cas, l'essai a pour objet de mesurer la fragilisation apportée au substrat par le processus de dépôt électrolytique (par exemple fragilisation par l'hydrogène de l'acier zingué).

L'utilisation de ces méthodes permet de pallier à bien des inconvénients de la manipulation des feuilles très minces, mais pose le problème de la détermination du moment de fissuration.

Sept méthodes sont décrites.

## 4.1 Essai de traction

### 4.1.1 Appareillage

Voir 3.1.2.

### 4.1.2 Préparation des éprouvettes

Les revêtements sont déposés sur des substrats qui doivent être plus ductiles qu'eux.

Les éprouvettes doivent être usinées et leurs côtés peuvent être polis pour éviter la fissuration des rives. L'étrépage en goulot de bouteille est considérablement réduit et il est facile de monter les éprouvettes entre les mors de la machine de traction sans défaut d'alignement.

### 4.1.3 Mode opératoire

Voir 3.1.4.

Il est toutefois difficile de déterminer le moment exact de l'amorce de fissuration, encore que pour les dépôts électrolytiques relativement fragiles et très brillants comme le nickel, ce phénomène se détecte par observation visuelle.<sup>[5]</sup> De même, dans le cas de plastiques revêtus, la détermination exacte de l'amorce de fissuration s'effectue par enregistrement de la résistance électrique du revêtement métallique durant l'essai (voir figure 21).

## 4.2 Essai de pliage trois points<sup>[6]</sup>

### 4.2.1 Principe

Application d'un effort transversal sur une éprouvette dans sa partie qui est soumise à contrainte, généralement son centre.

### 4.2.2 Appareillage

L'effort de pliage peut être réalisé par l'un des trois montages représentés à la figure 22. Les systèmes de maintien des éprouvettes varient en fonction du dispositif d'application de la

charge. Les éprouvettes peuvent être montées dans une machine d'essai universelle ou dans un appareil de pliage spécial.

### 4.2.3 Mode opératoire

Examiner périodiquement la surface de l'éprouvette pour déterminer le moment exact de la fissuration du revêtement. Mais le repérage exact est difficile à moins d'incorporer au dispositif d'essai un moyen d'observation en continu de l'éprouvette pliée.

Une source majeure d'erreur réside dans la tendance des éprouvettes à former des coques en cours d'essai [voir figure 23 a)].

### 4.2.4 Expression des résultats

Si ce phénomène ne se produit pas et si l'on peut déterminer avec exactitude l'amorce de fissuration, la ductilité,  $D$ , exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation

$$D = \frac{4\delta s}{l^2} \times 100$$

où

$\delta$  est l'épaisseur totale;

$s$  est le déplacement vertical;

$l$  est la longueur entre repères.

[Voir figures 12 et 23 b).]

## 4.3 Essai de pliage quatre points<sup>[7]</sup>

### 4.3.1 Généralités

L'essai de pliage quatre points est similaire à l'essai de pliage trois points à cela près que l'éprouvette est soumise à deux charges s'exerçant symétriquement dans sa partie centrale comme le montre la figure 24. Son principal avantage est d'éviter la formation de coques.

### 4.3.2 Expression des résultats

La ductilité,  $D$ , exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation

$$D = \frac{\delta s}{l_2^2 + 2 l_1 l_2} \times 100$$

où

$\delta$  est l'épaisseur totale;

$s$  est le déplacement vertical;

$l_1$  est la demi-distance entre les charges;

$l_1 + l_2$  est la demi-distance entre les supports.

(Voir figure 24.)

## 4.4 Essai de pliage sur mandrins cylindriques

### 4.4.1 Principe

Pliage d'une éprouvette revêtue ayant la forme d'une bande étroite sur des mandrins de diamètres décroissants. [4] Détermination de la ductilité, exprimée en pourcentage, d'après le diamètre du plus petit mandrin ne provoquant pas de rupture du revêtement. [8]

### 4.4.2 Appareillage

**Pinces de serrage**, et **mandrins** dont le diamètre décroît par paliers de 3 mm entre 50 et 5 mm (voir figure 25).

### 4.4.3 Préparation des éprouvettes

L'épaisseur du substrat et sa dureté doivent permettre un pliage sans évidence de fissuration sur le mandrin du diamètre le plus petit; on peut, par exemple, utiliser un acier à bas carbone ou un cuivre ductile de 1,0 à 2,5 mm d'épaisseur. Le substrat doit être revêtu par électrodéposition ou toute autre voie et servir à préparer des éprouvettes de 10 mm de largeur et d'au moins 150 mm de longueur.

### 4.4.4 Mode opératoire

Plier les éprouvettes autour de mandrins de diamètres décroissants. Noter le diamètre du plus petit mandrin ne provoquant pas de rupture du revêtement.

### 4.4.5 Expression des résultats

La ductilité,  $D$ , exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation

$$D = \frac{\delta}{d + \delta} \times 100$$

où

$\delta$  est l'épaisseur totale;

$d$  le diamètre du plus petit mandrin ne causant aucune fissuration du revêtement.

### 4.4.6 Remarques

Cette méthode permet de déceler les fissures par un essai de porosité des bandes pliées sur différents cylindres (les fissures s'élargissent en proportion des pores). Tout essai de porosité électrolytique à l'aide d'une gelée fait apparaître les microfissures comme autant de traits distincts.

## 4.5 Essai de pliage sur mandrin à rayon décroissant

### 4.5.1 Principe

Pliage d'une bande revêtue d'un dépôt électrolytique ou autre sur un mandrin dont le rayon décroît. Détermination de la valeur à laquelle s'observe une amorce de fissuration du revêtement. [9, 10]

## 4.5.2 Appareillage

**Mandrin** (voir figure 26).

### 4.5.3 Mode opératoire

Le moment de l'amorce de fissuration peut être décelé par un moyen électrique (voir figure 21) si le substrat est un matériau plastique non conducteur.

### 4.5.4 Expression des résultats

L'angle du levier de pliage (voir figure 27) peut servir de mesure de la ductilité en valeur relative. Autrement, le calcul de la ductilité, exprimée en pourcentage, s'effectuera suivant les règles de 4.4.5.

## 4.6 Essai de pliage sur mandrin conique

### 4.6.1 Principe

Pliage d'une éprouvette carrée revêtue d'un dépôt électrolytique ou autre sur un mandrin de forme conique.

### 4.6.2 Appareillage

**Mandrin conique** (voir figure 28).

### 4.6.3 Mode opératoire

Examiner périodiquement la surface de l'éprouvette au moyen d'une loupe (grossissement X 10) pour déterminer le point d'amorce de fissuration. Il est aussi possible de placer le dispositif sous un microscope technique à plus fort grossissement.

### 4.6.4 Expression des résultats

La ductilité, exprimée en pourcentage, est calculée d'après le rayon de courbure du cône au point de fissuration, à l'aide des équations données en 4.4.5.

Seule une plaque de moins de 0,5 mm d'épaisseur peut être pliée de façon satisfaisante; cette méthode ne peut pas être appliquée pour mesurer la ductilité d'un revêtement dont l'allongement dépasse 11 % :

$$\frac{\Delta l}{l} < \frac{0,5}{4,5} = 0,11 \quad \begin{array}{l} r = 2 \text{ mm} \\ \delta = 0,5 \text{ mm} \end{array} \quad \begin{array}{l} D = 11 \% \\ d = 4 \text{ mm} \end{array}$$

### 4.6.5 Remarque

Une variation de cet essai consiste à enrouler un fil de cuivre revêtu d'un dépôt électrolytique ou autre autour du cône représenté à la figure 29.

## 4.7 Essai de bombement mécanique

### 4.7.1 Appareillage

Voir 3.5.2.

#### 4.7.2 Préparation des éprouvettes

L'utilisation de plaques de cuivre très ductile de 0,1 mm d'épaisseur comme substrat donne des résultats satisfaisants.

#### 4.7.3 Mode opératoire

Voir 3.5.3.

S'assurer que le diamètre de l'ouverture soit tel que le champ du microscope (grossissement X 100) englobe l'aire où sont susceptibles de se produire les fissures. Une ouverture de 8 mm de diamètre et une bille de 4 mm de diamètre donnent des résultats reproductibles.

#### 4.7.4 Expression des résultats

##### 4.7.4.1 Mode de calcul

Voir annexe D.

##### 4.7.4.2 Erreur limite

L'erreur limite de la méthode dépend de l'absence de rayons sur le substrat, ces rayons engendrant une fissuration à un hauteur de bombement moindre que le laisserait supposer la ductilité du revêtement.

### 5 Choix de la méthode d'essai

5.1 Il n'est pas possible de recommander une méthode de mesure de la ductilité des revêtements applicable dans tous les

cas d'application et à tous les matériaux. Les directives du tableau peuvent néanmoins être utiles.

Les résultats obtenus avec différentes méthodes sont rarement comparables.

5.2 Les revêtements de moins de 10 µm d'épaisseur doivent être mesurés sur un substrat approprié. Si le dépôt est fragile, l'essai de traction (4.1) est préférable mais les essais de pliage (4.4 et 4.5) peuvent convenir. Si le dépôt est ductile, l'essai de pliage (4.3) est préférable.

5.3 Les revêtements de plus de 10 µm d'épaisseur peuvent être mesurés détachés de leur support. Les feuilles ductiles peuvent être essayées par bombement hydraulique (3.4) ou traction (3.1), les feuilles fragiles par flexion au micromètre (3.2) ou bombement mécanique (3.5).

5.4 Les revêtements fragiles et/ou très sollicités, même de plus de 10 µm d'épaisseur, peuvent demander à être appliqués sur un substrat ductile approprié. Dans ce cas, l'essai de traction (4.1) est préférable mais les essais de pliage (4.4 et 4.5) peuvent convenir.

### 6 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) détails sur le mode de préparation des éprouvettes.

## Annexe A

### Méthodes de production des feuilles

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### A.0 Introduction

Les feuilles métalliques peuvent être préparées sur un substrat aisément détachable du dépôt électrolytique. Plusieurs méthodes sont utilisables (voir chapitres A.1 et A.2).

#### A.1 Dépôt sur substrat soluble

Le substrat peut être dissout après application du revêtement. Cette méthode est utilisable si la solution dissolvante n'affecte pas la feuille; même si l'attaque ne se traduisait que par une perte de brillant, il serait possible qu'une fragilisation de la surface favorise l'amorce d'une fissuration de toute la couche. Cette méthode est souvent utilisée pour les dépôts d'or sur du cuivre, la dissolution du cuivre s'effectuant dans une solution d'acide nitrique.

Dans le cas de plastique revêtu, le plastique peut être dissout dans un solvant organique qui n'affecte pas la qualité de la feuille.

#### A.2 Dépôt sur substrat non adhérent

Ce dépôt sur un substrat métallique auquel la feuille n'adhère pas est suivi d'un pelage de la feuille.

##### A.2.1 Dépôt sur acier inoxydable

On doit veiller pour cette opération à ce que la surface de l'acier inoxydable ne soit pas rayée, les rayures étant recopiées sur la feuille déposée et favorisant l'amorce prématurée de fissures. L'acier inoxydable peut demander à être soumis à un nettoyage anodique de 15 s dans un nettoyeur alcalin chaud.

##### A.2.2 Dépôt sur feuille de cuivre ou de bronze

Dans le cas des feuilles de cuivre ou de bronze, il est facile de polir la surface avant passivation. Les feuilles peuvent également être repolies et réutilisées après essai.

Il existe plusieurs méthodes de passivation (voir A.2.2.1 à A.2.2.3).

**A.2.2.1** Dépôt électrolytique sur le substrat de cuivre ou de bronze de 5 à 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de nickel brillant, suivi d'une passivation par immersion dans une solution d'acide chromique à 1 à 5 % (*m/m*) pendant 30 à 60 s. Avant immersion dans le bain électrolytique, raccorder la surface d'essai à la borne négative de l'alimentation en courant électrique et mettre sous tension de façon à éviter de gâcher la passivation (dépôt électrolytique sous tension).

**A.2.2.2** Dépôt d'arsenic sur le substrat de cuivre ou de bronze, en utilisant comme électrolyte 59 g de trioxyde d'arsenic ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) et 21 g d'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) dans 1 litre d'eau. Déposer pendant 5 min à une densité de courant de 0,3 A/dm<sup>2</sup> et 18 à 30 °C en utilisant comme anode du carbone ou du graphite.

**A.2.2.3** Immersion dans une solution à 50 g de polysulfure de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_x$ ) dans 1 litre d'eau.

##### A.2.3 Dépôt sur acier

On peut utiliser une plaque d'acier revêtue d'un dépôt électrolytique de nickel. Nettoyer par exemple convenablement une plaque d'acier laminée à chaud, de n'importe quelle dimension convenable. La plonger dans l'acide et y déposer par voie électrolytique une épaisseur d'environ 7,5  $\mu\text{m}$  de nickel. Après rinçage, passer l'éprouvette (voir A.2.2) ou la soumettre à un nettoyage anodique de 15 s dans un nettoyeur alcalin chaud, replonger dans de l'acide sulfurique à 0,5 mol/l, rincer à l'eau et placer dans le bain électrolytique du métal à essayer. Déposer sur la surface ainsi préparée l'épaisseur désirée de dépôt électrolytique.