

NORME
INTERNATIONALE

ISO
12687

Première édition
1996-12-15

**Revêtements métalliques — Essais de
porosité — Essai à la fleur de soufre par
voie humide**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Metallic coatings — Porosity tests — Humid sulfur (flowers of sulfur) test

ISO 12687:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f25028f5-cada-42d5-9773-19fbb4848cf6/iso-12687-1996>



Numéro de référence
ISO 12687:1996(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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 12687 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 7, *Essais de corrosion*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 12687:1996

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/250285_cada-42d5-9773-19fbb4848cf/iso-12687-1996

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Revêtements métalliques — Essais de porosité — Essai à la fleur de soufre par voie humide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode permettant de révéler la présence de discontinuités et de porosités dans les revêtements métalliques, lorsqu'elles traversent la couche de revêtement jusqu'au substrat qu'il soit en argent, en cuivre, ou en alliage de cuivre.

La méthode est applicable en particulier aux revêtements constitués d'une ou de plusieurs couches et qui ne ternissent pas de manière significative dans une atmosphère de soufre réduit, tels l'or, le nickel, l'étain, l'alliage étain-plomb, et le palladium, ainsi que leurs alliages.

La méthode d'essai est conçue pour vérifier si le revêtement satisfait aux exigences relatives au degré de porosité acceptable spécifié par l'utilisateur. La valeur spécifiée est habituellement déterminée par l'expérience comme étant compatible avec l'application prévue.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f25028f5-cada-42d5-9773-iso-12687:1996>

On peut trouver dans la littérature des rapports récents concernant des essais de porosité et des méthodes d'essai, [1], [2]. Un guide général ISO traitant des revêtements métalliques et inorganiques est disponible sous la référence ISO 10308:1995, *Revêtements métalliques — Passage en revue des essais de porosité*.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2079:1981, *Traitements de surface et revêtements métalliques — Classification générale des termes*.

ISO 2080:1981, *Dépôts électrolytiques et opérations s'y rattachant — Vocabulaire*.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent (d'autres définitions pertinentes sont disponibles dans l'ISO 2079 et l'ISO 2080).

3.1 produits de corrosion: Produits dus à une réaction chimique sur le substrat qui font saillie au niveau des discontinuités. Les produits de la réaction chimique sont formés au cours de l'essai et peuvent être facilement examinés après l'essai d'exposition. Ils ne peuvent pas être facilement éliminés en soufflant doucement dessus [voir article 10, point b) 2)].

3.2 discontinuité: Toute ouverture débouchant sur un revêtement par ailleurs continu. Ces ouvertures se présentent en général sous la forme de pores ou de fissures dans le revêtement. Le revêtement peut également présenter des vides ou des cassures dus à des accidents mécaniques tels que les rayures ou des inclusions non conductrices dans le métal de base.

3.3 aire de mesurage: Partie(s) de la surface examinée où l'on recherche la présence d'éventuelles porosités. L'aire de mesurage peut être indiquée sur les schémas des parties ou sur des échantillons marqués à cet effet.

3.4 revêtements métalliques: Revêtements autocatalytiques, dépôts chimiques (non électrolytiques), placages, dépôts électrolytiques et galvanisation à chaud appliqués au substrat. Le revêtement peut consister en une couche métallique simple ou en une combinaison de couches métalliques.

3.5 pore: Trou généralement microscopique pouvant apparaître sur l'ensemble de la surface, de forme souvent circulaire, traversant le revêtement jusqu'aux couches inférieures ou jusqu'au métal de base.

3.6 porosité: Présence de fissure, discontinuité, trou ou rayure dans le revêtement mettant à nu un métal de base différent.

3.7 surface significative: Partie(s) de la surface du revêtement essentielle à l'aptitude à la fonction ou au fonctionnement de la partie, ou qui peut entraîner la formation de produits de corrosion ou de films ternes interférant avec son fonctionnement. Pour de nombreux produits revêtus la surface significative est identique à l'aire de mesurage.

3.8 ternissement: Produits de la réaction entre le cuivre ou l'argent et l'oxygène ou le soufre réduit (c'est-à-dire H₂S et les vapeurs de soufre, mais pas le SO₂ ni les autres oxydes de soufre). Ils se présentent sous forme d'une fine pellicule, de marques ou de taches qui, contrairement aux *produits de corrosion*, se fondent dans le plan de la surface métallique.

3.9 migration du ternissement: Mouvement des pellicules de ternissement sur la surface du revêtement. Le ternissement se forme dans les pores ou les fissures présentes dans le revêtement ou sur le métal de base nu à proximité de l'aire de mesurage (comme pour une surface de coupe). Elle est également appelée corrosion migrante.

3.10 sous-couche: Couche de revêtement métallique entre le substrat et la ou les couches supérieures. L'épaisseur d'une sous-couche est en général supérieure à 1 µm. Il peut y en avoir plus d'une.

4 Principe

L'essai repose sur la formation d'oxydes ou de sulfures, par réaction de vapeur de soufre en atmosphère humide, sur le métal de base ou la sous-couche, apparaissant à travers les discontinuités du revêtement métallique. Les produits de corrosion due au sulfure de l'argent ou du cuivre, ainsi que l'oxyde de cuivre forment des marques de couleur brune ou noire ou des taches faciles à observer lors d'un examen visuel.

5 Résumé de la méthode

Les éprouvettes sont suspendues au-dessus de fleurs de soufre (soufre pulvérisé) dans un récipient équipé d'un trou d'aération, où la température et l'humidité sont relativement élevées et peuvent être contrôlées. La vapeur

sulfureuse qui émane toujours du soufre pulvérisé dans une atmosphère confinée attaque toute surface en cuivre, alliage de cuivre, argent ou alliage d'argent exposée, comme elle l'est par exemple au fond des pores. Les marques ou les taches de ternissement brunes ou noires signalent une porosité.

Les temps d'exposition peuvent varier en fonction du degré de porosité à mettre en évidence.

L'essai implique un ternissement ou une oxydation (corrosion) où les produits de la corrosion délimitent les endroits présentant des défauts dans le revêtement. En général, la composition chimique et les caractéristiques des produits de la corrosion résultant de l'essai diffèrent de celles habituellement rencontrées dans un environnement naturel de fonctionnement. Ainsi, il n'est pas recommandé d'effectuer cet essai pour évaluer la performance du produit à moins d'établir au préalable une corrélation avec l'expérience acquise en fonctionnement (voir annexe A).

6 Réactifs

6.1 Pureté

Le nitrate de potassium utilisé doit être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être distillée ou déionisée et avoir une conductivité inférieure ou égale à 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (mesurée comme prescrit dans l'ISO 3696). Le soufre doit être de qualité de laboratoire du commerce.

6.2 Solution de nitrate de potassium

Préparer une solution de nitrate de potassium (KNO_3) en ajoutant environ 200 g du réactif à environ 200 ml d'eau (voir 6.1).

NOTE — La solution saturée présentera des sels de nitrate de potassium non dissous. Cela est nécessaire pour maintenir la solution dans une atmosphère d'humidité constante.

6.3 Réactif sec

ISO 12687:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f25028f5-cada-42d5-9773-19fbb4848cf6/iso-12687-1996>

Soufre, précipité (fleurs de soufre).

7 Appareillage

7.1 Récipient d'essai, consistant en tout type de récipient transparent en verre ou en résine synthétique (ou tout autre matériau résistant à un taux d'humidité élevé ou à des vapeurs sulfureuses) de dimensions appropriées, par exemple un dessiccateur en verre d'une capacité d'environ 10 litres. Il doit être muni d'un couvercle percé, dans le trou duquel un bouchon puisse être inséré. Le trou doit être suffisamment large pour permettre l'insertion dans le récipient d'un capteur d'humidité télécommandé. Le bouchon doit être percé d'un trou de 1 mm à 4 mm de diamètre pour permettre l'aération.

7.2 Porte-échantillons, sur lesquels les échantillons peuvent être posés ou auxquels ils peuvent être suspendus. Les porte-échantillons doivent être fabriqués dans un matériau résistant aux vapeurs sulfureuses et à une humidité élevée, tel que le verre, l'acrylique ou le polypropylène. Ils doivent être installés de façon que les échantillons soient à une distance minimale de 75 mm de la solution de contrôle de l'humidité ou de la poudre de soufre (voir 7.3). Les échantillons doivent également se trouver à une distance minimale de 25 mm des parois du récipient et à 10 mm au moins les uns des autres ou de tout autre surface. La plaque d'un dessiccateur ne doit pas être utilisée comme support principal; elle peut en revanche servir de support au support principal. Le dispositif ainsi que tout support ne doit pas occuper plus de 20 % de la section droite du récipient de manière à ne pas entraver le libre mouvement de l'air (convection) à l'intérieur du récipient.

7.3 Capsule en verre, consistant en une boîte de Petri ou toute autre capsule creuse d'un diamètre d'environ 150 mm pour contenir la poudre de soufre. La capsule peut soit être suspendue au-dessus de la solution assurant

une humidité constante, à l'aide de cales en plastique, soit flotter directement sur le liquide. L'espace resté libre à la surface du liquide doit être suffisamment large pour garantir des conditions d'équilibre à l'intérieur du récipient d'essai sur toute la durée de l'essai.

7.4 Étuve ventilée, capable de maintenir le récipient d'essai à une température de $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

7.5 Thermomètre ou autre capteur de température, ayant une plage de mesure d'au moins $40\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ à $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, pouvant rester dans le récipient d'essai pendant l'essai.

7.6 Hygromètre à détecteur diélectrique, muni d'une sonde télécommandée pouvant être placée dans le récipient d'essai, pour le domaine de 75 % à 95 % d'humidité relative.

7.7 Stéréomicroscope optique, ayant un grossissement de $\times 10$. Il convient de préférence que l'un des oculaires soit muni d'un repère gradué permettant de mesurer le diamètre des taches de ternissement. S'il est prévu, le repère doit être étalonné en fonction du grossissement auquel le microscope doit être utilisé.

7.8 Source lumineuse, consistant en une lampe à incandescence ou un tube fluorescent.

8 Préparation de l'échantillon

Ne pas manipuler inutilement les échantillons. Ne les manipuler qu'à l'aide de pinces, d'une mousseline destinée au nettoyage des lentilles du microscope ou de gants propres et doux en coton ou en Nylon.

Avant l'essai, examiner les échantillons sous un grossissement de $\times 10$ à l'aide du stéréomicroscope (7.7) pour vérifier l'absence de toute particule étrangère. Si besoin est, éliminer les particules en créant un courant d'air propre et exempt d'huile. Puis, nettoyer soigneusement les échantillons de toute particule en les rinçant doucement avec des solvants ou des solutions ne contenant pas de CFC, d'hydrocarbures chlorés ou tout autre composé détruisant la couche d'ozone, puis les sécher à l'aide d'un courant d'air propre. Pour accélérer le séchage, l'utilisation d'un bain de méthanol, d'éthanol, d'éthanol dénaturé ou de propanol-2, tous de qualité analytique reconnue, peut s'avérer souvent utile.

L'expérience a montré que la procédure suivante s'est avérée utile pour éviter d'utiliser des hydrocarbures chlorés:

- a) Éviter tout contact des échantillons entre eux si l'aire de mesure peut être endommagée durant les différentes étapes du nettoyage.
- b) Nettoyer les échantillons pendant 5 min dans un appareil à ultrasons contenant une solution aqueuse chaude (65 °C à 85 °C) 2 % d'un détergent alcalin doux (pH 7,5 à 10).
- c) Après le nettoyage par ultrasons, rincer les échantillons soigneusement sous un robinet d'eau chaude pendant au moins 5 s.
- d) Rincer les échantillons par ultrasons pendant 2 min dans de l'eau distillée ou déionisée (voir 6.1) préparée extemporanément afin d'éliminer tout résidu de détergent.
- e) Immerger dans du méthanol, de l'éthanol, de l'éthanol dénaturé ou du propanol-2 de qualité analytique reconnue et préparé extemporanément, puis agiter par ultrasons pendant 30 s afin d'éliminer toute trace d'humidité des échantillons.
- f) Sortir les échantillons et les sécher à l'air jusqu'à évaporation complète de l'alcool; si un courant d'air est utilisé pour le séchage, l'air utilisé doit être propre, sec et exempt de toute trace d'huile.
- g) Ne pas toucher l'aire de mesure à mains nues après le nettoyage.

Réexaminer les échantillon sous un grossissement de $\times 10$ à l'aide du stéréomicroscope pour vérifier l'absence de toute particule étrangère. Si besoin est, renouveler le nettoyage. Il est extrêmement important que la surface soit propre. Toute contamination par une substance telle que des sels ou des flocons de placage peut indiquer à tort une porosité qui n'existe pas.

Si l'essai vise à déterminer l'efficacité de ce revêtement dans une atmosphère de soufre réduit, ne pas nettoyer les échantillons portant un revêtement lubrifiant et/ou antitarnissement.

Dans les essais de porosité normaux, préparer les échantillons de sorte que les aires de mesurage (c'est-à-dire les surfaces significatives) présentent une exposition optimale à l'environnement d'essai.

9 Mode opératoire

9.1 Équilibrage du récipient d'essai

Pour la première mise en œuvre de l'appareil, préparer l'équilibrage du récipient d'essai (7.1) au moins 24 h avant l'exposition du premier échantillon.

NOTE — Pour les essais suivants, il n'est pas nécessaire de répéter les procédures d'équilibrage 24 h à l'avance comme la première fois (voir également le dernier alinéa du présent paragraphe et le paragraphe 9.2, point e)).

- Placer le récipient d'essai dans l'étuve (7.4), les porte-échantillons (7.2) étant en place. Placer la solution saturée de nitrate de potassium (6.2) dans le fond du récipient. Ajouter à température ambiante environ 20 g de cristaux de nitrate de potassium par 100 ml de solution, afin que celle-ci reste saturée à 50 °C.
- Placer le couvercle sur le récipient (sans le fermer hermétiquement à l'aide d'un corps gras), insérer le thermomètre ou autre capteur de température (7.5), ainsi que la sonde d'humidité télécommandée (7.6) dans l'ouverture pratiquée au sommet du couvercle (ne pas remettre le bouchon), et régler le thermostat à 55 °C.
- Pendant l'équilibrage, ouvrir de temps en temps le récipient et en remuer le contenu. Lorsque le capteur de température indique que la température dans le récipient approche 50 °C, régler la température de l'étuve de manière à la stabiliser à 50 °C dans le récipient. Ne pas fermer le trou d'aération pratiqué dans le bouchon ce qui aurait pour conséquence de porter le taux d'humidité relative à près de 100 %.
- Remplir jusqu'à la moitié la capsule en verre (7.3) de soufre (6.3) (casser tout gros morceau), et placer la capsule sur des supports au-dessus de la solution de nitrate de potassium ou la laisser flotter directement sur la solution (voir figure 1).
- Remettre le couvercle et insérer le bouchon muni d'un trou d'aération dans l'ouverture du couvercle. Surveiller la température du récipient pendant plusieurs heures et régler la température de l'étuve de façon à maintenir le récipient à $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Une fois la température stabilisée, et l'humidité relative comprise entre 85 % et 90 %, l'appareillage est prêt à recevoir les échantillons.

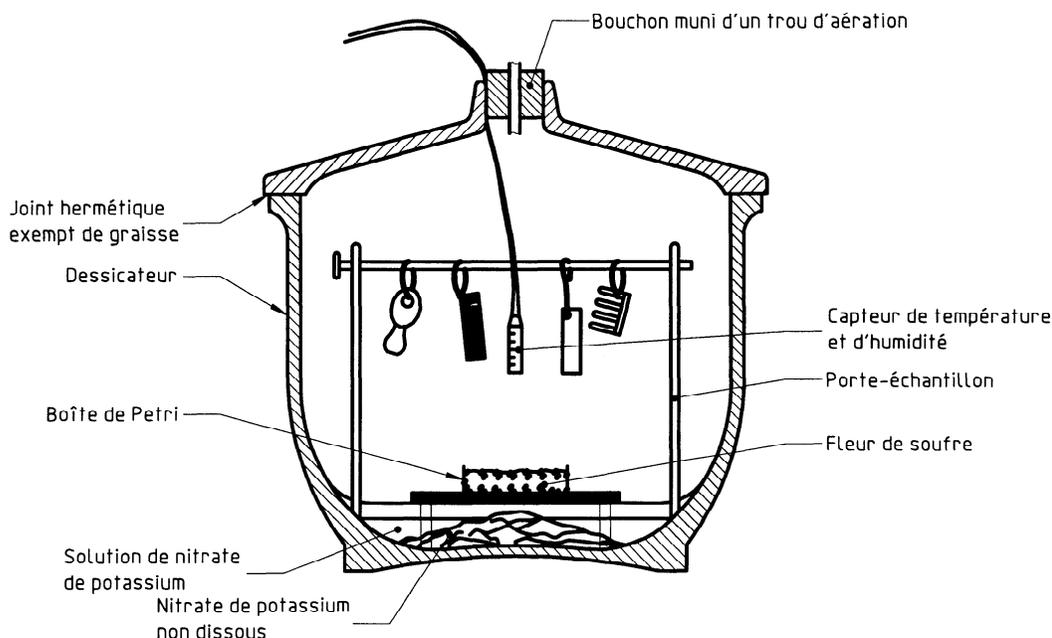


Figure 1 — Système d'essai type

Le système décrit dans le présent article peut être à nouveau utilisé pour de nombreux autres essais sans que les produits chimiques soient remplacés. En effet, ils peuvent rester stables jusqu'à 6 mois tant qu'ils ne sont pas souillés ou contaminés par des produits de corrosion. Si on le laisse refroidir, le mélange de nitrate de potassium va se solidifier. Pour le liquéfier à nouveau, il suffit de le réchauffer et de le remuer. Casser les morceaux de nitrate de potassium durci et les mélanger au reste. Ajouter si nécessaire quelques millilitres d'eau (voir 6.1) pour aider la solution à se liquéfier.

9.2 Mode opératoire d'essai

Équilibrer le récipient d'essai comme indiqué en 9.1. Mettre les échantillons propres dans le récipient d'essai, aussi vite que possible, de façon à minimiser tout écart par rapport aux conditions d'équilibre. À chaque nouvel essai, placer dans le récipient un témoin sous forme d'une plaque en cuivre ou en alliage de cuivre non revêtu, afin de vérifier l'efficacité du système. Le cuivre devrait se mettre à noircir au bout de quelques heures.

- a) Pendant 1 h à 2 h, laisser le récipient légèrement ouvert en retirant le bouchon muni d'un trou d'aération, afin d'éviter la formation de vapeur condensée au moment où le système atteindra la température d'essai. Remettre le bouchon une fois la température d'essai atteinte et l'humidité relative comprise entre 85 % et 90 % (ce qui peut prendre 1 h à 2 h).
- b) Pendant les deux à trois premières heures d'exposition, vérifier la température et l'humidité dans le dessiccateur et les noter à intervalles réguliers de façon à pouvoir atteindre des conditions d'équilibre. Renouveler l'opération vers la fin de l'essai.
- c) Continuer l'essai pendant la période requise, d'une durée de 24 h normalement, sauf autre prescription. L'essai peut se poursuivre au cours de la nuit (ou d'un week-end, s'il doit durer 3 jours), sans nécessiter de surveillance particulière.
- d) À la fin de l'essai, sortir les échantillons, remettre le couvercle sur le récipient et laisser les échantillons refroidir à température ambiante avant de les examiner.
- e) Pour les essais suivants, ne pas tenir compte du mode opératoire prescrit en 9.1. Cependant, il faut vérifier régulièrement la température et l'humidité réelles dans le récipient. Il peut également s'avérer nécessaire de remuer de temps en temps la solution de nitrate de potassium avant de procéder à un nouvel essai.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12687:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f25028f5-cada-42d5-9773-19fbb4848cfe/iso-12687-1996>

10 Examen et évaluation des échantillons

Examiner les aires de mesurage sous un grossissement de $\times 10$ à l'aide du stéréomicroscope (7.7) et de la source lumineuse (7.8).

- a) La présence de marques ou de taches brunes ou noires indique que la couche de finition est poreuse à ces endroits jusqu'au substrat, qu'il soit en cuivre, en alliage de cuivre ou en argent. Le ternissement a tendance à migrer à partir des pores et à agrandir les marques ou taches au cours de la période d'essai.
- b) Si les sites poreux doivent être dénombrés, garder en mémoire les points suivants pendant l'opération:
 - 1) Ne compter que le ternissement et les produits de corrosion marrons ou noirs.
 - 2) Ne pas confondre une contamination qui s'élimine facilement en soufflant simplement dessus avec des produits de corrosion.
 - 3) Déplacer l'échantillon sous la lumière afin de poursuivre la vérification sous différents angles. La dorure à la feuille peut avoir l'aspect de taches noires.
- c) Ne mesurer ou ne compter une marque ou une tache de ternissement ou de corrosion que lorsqu'elle se situe au moins aux trois quarts dans l'aire de mesurage. Ne pas tenir compte des pellicules de migration du ternissement qui se trouvent dans l'aire de mesurage mais qui commencent à l'extérieur de celle-ci. Néanmoins, noter la présence d'une migration significative du ternissement et son emplacement.
- d) La taille des pores doit être définie par le plus long diamètre mesuré sur le produit de corrosion. Sauf prescription contraire, les produits de corrosion inférieures à 0,05 mm de diamètre ne doivent pas être pris en compte. Pour faciliter le dénombrement des taches et l'évaluation de leur taille, il convient que l'oculaire du stéréomicroscope soit équipé d'un repère gradué.

NOTE — Pour faciliter l'évaluation de la taille des pores, il y a lieu de les répertorier dans un tableau définissant trois classes de tailles, correspondant approximativement à un diamètre

- a) inférieur ou égal à 0,12 mm;
 - b) compris entre 0,12 mm et 0,4 mm;
 - c) supérieur à 0,4 mm.
- e) Le nombre, la taille et les emplacements acceptables de ces marques ou taches de ternissement ou de corrosion doivent être précisés directement sur le schéma ou dans des spécifications.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 12687:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f25028f5-cada-42d5-9773-19fbb4848cf6/iso-12687-1996>