

---

# NORME INTERNATIONALE 2819/I

---

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

---

## Revêtements métalliques sur bases métalliques — Liste des différentes méthodes d'essai d'adhérence — Partie I : Dépôts électrolytiques et dépôts par voie chimique

Première édition — 1973-12-01

---

CDU 669.058 : 620.179.4

Réf. N° : ISO 2819/I-1973 (F)

**Descripteurs** : revêtement métallique, essai, essai d'adhérence.

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2819/1 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1972.

Elle a été approuvée par les Comité Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	<del>Royaume-Uni</del>
Allemagne	Italie	Suède
Egypte, Rép. arabe d'	Japon	Suisse
France	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Hongrie	Pologne	Turquie
Inde	Portugal	U.R.R.S.
Irlande	Roumanie	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Pays-Bas

# Revêtements métalliques sur bases métalliques – Liste des différentes méthodes d’essai d’adhérence – Partie I : Dépôts électrolytiques et dépôts par voie chimique

## 1 OBJET ET DOMAINE D’APPLICATION

La présente Norme Internationale décrit des méthodes de vérification de l’adhérence des dépôts électrolytiques et des dépôts effectués par voie chimique. Elle se limite aux essais de nature qualitative. Le tableau 2 donne les essais appropriés à certains des types les plus fréquents de revêtements métalliques.

Elle ne décrit pas certains essais mis au point à différentes occasions pour effectuer un mesurage quantitatif de l’adhérence d’un revêtement métallique à un matériau de base, ces essais nécessitant un appareillage spécial et une manipulation experte les rendant impropres comme essais de contrôle de qualité pour pièces de série. Certains de ces essais quantitatifs sont néanmoins utiles pour les travaux de recherche théorique ou appliquée.

**Si des Normes Internationales spécifient des méthodes d’essai d’adhérence particulières à tel ou tel revêtement, il convient de les suivre, de préférence à celles qui sont décrites dans la présente Norme Internationale, et qui doivent faire l’objet d’un accord préliminaire entre le fournisseur et le client.**

## 2 MÉTHODES D’ESSAI

### 2.1 Brunissage

Si les pièces revêtues sont soumises à un brunissage dans une zone localisée, le dépôt aura tendance à s’écrouler et à absorber la chaleur dégagée par le frottement. Si le revêtement est mince, il se produira un décollement de celui-ci sur le métal de base, sous forme de cloques, dans les zones de faible adhérence.

Si la forme et les dimensions des pièces le permettent, on frotera pendant 15 s environ, avec un instrument lisse, une zone de surface revêtue de 6 cm<sup>2</sup> au maximum. Cet instrument peut être une tige d’acier de 6 mm de diamètre à extrémité hémisphérique lisse.

La pression doit être suffisante pour brunir le revêtement à chaque passe, mais pas assez pour le couper. Une mauvaise adhérence se marque par un agrandissement de la cloque au fur et à mesure du frottement.

Si les caractéristiques mécaniques du revêtement sont mauvaises, la cloque peut crever et le revêtement s’écaille alors. Cet essai doit se limiter aux dépôts assez minces.

### 2.2 Brunissage à la bille

Le brunissage à la bille est souvent utilisé pour le polissage, mais il peut aussi servir d’essai d’adhérence. En utilisant un brunissoir à tonneau ou un brunissoir vibrant rempli de billes de 3 mm de diamètre, ainsi qu’une solution savonneuse comme lubrifiant on peut produire des cloques lorsque l’adhérence est très mauvaise. Cette méthode convient aux dépôts assez minces.

### 2.3 Martelage à la grenaille ronde

Il existe plusieurs variantes au principe de déformation du dépôt par martelage au moyen de billes de fonte ou d’acier tombant par gravité ou projetées à l’aide d’air comprimé sur la surface à essayer.

Si le revêtement adhère mal, il cloquera. Habituellement, l’intensité de martelage nécessaire pour faire cloquer un revêtement de mauvaise adhérence varie avec l’épaisseur du revêtement; elle est moindre pour les revêtements minces que pour les revêtements épais.

On peut réaliser un essai avec un tube de 150 mm de long, 19 mm de diamètre intérieur, comme réservoir pour la grenaille ronde en fonte ou en acier (0,75 mm de diamètre environ), lui-même relié à une tuyère. De l’air comprimé est amené à l’appareil avec une pression de 0,07 à 0,21 MN/m<sup>2</sup> et la distance entre la tuyère et l’éprouvette doit être de 3 à 12 mm.

Un autre essai, qui, semble-t-il, est le mieux adapté à l’essai d’adhérence des revêtements d’argent pour le contrôle en cours de fabrication des revêtements épais de 100 à 600 µm d’épaisseur, est décrit dans l’Annexe et utilise une chambre de compression normalisée, du type de celle qui est utilisée pour le martelage à la grenaille ronde des pièces en acier.

Si l’argent adhère mal, il se produira soit un allongement, soit un fluage, soit des cloques.

### 2.4 Écaillage

Cet essai est valable pour les revêtements de moins de 125 µm d’épaisseur déposée sur des surfaces relativement plates. On plie à angle droit et à 10 mm d’une extrémité, un ruban d’acier doux étamé ou de laiton d’environ 75 mm de longueur, 10 mm de largeur et 0,5 mm d’épaisseur et l’on soude le côté le plus court à plat sur la surface revêtue. Une charge est appliquée sur le côté libre, perpendiculairement à la surface soudée. Le revêtement se détache du métal de base si l’adhérence est plus faible que le joint de soudure. Si

au contraire l'adhérence est plus forte, il se produira une rupture soit de l'éprouvette elle-même, soit dans l'épaisseur du revêtement.

Cette méthode n'est pas largement utilisée car la température atteinte pendant le soudage peut altérer l'adhérence. On peut aussi, pour remplacer la soudure, exécuter l'essai avec une résine synthétique à prise dure et de résistance adéquate à la traction.

Un autre essai (essai au ruban) emploie un ruban en cellulose adhésive d'une adhérence de 8 N par 25 mm de largeur environ, le côté adhésif étant appliqué sur le revêtement essayé à l'aide d'un rouleau de poids fixé, en veillant à éviter les bulles d'air. Après un délai de 10 s, on enlève le ruban d'une traction continue, perpendiculaire à la surface du revêtement. L'adhérence de celui-ci doit être telle qu'il n'apparaît aucune trace de décollement. Cet essai sert en particulier à vérifier l'adhérence du revêtement des conducteurs et des contacts des circuits imprimés. Les conducteurs revêtus doivent être vérifiés sur une surface d'au moins 30 mm<sup>2</sup>.

## 2.5 Essai à la lime

Une éprouvette prélevée sur un article revêtu, est fixée dans un étau et une lime grossière (à traits parallèles uniquement) est passée sur l'arête de manière à soulever le revêtement. La lime est passée du métal de base vers le revêtement suivant un angle d'environ 45° par rapport à la surface revêtue. Il ne doit pas se produire de décollement du revêtement. Cet essai ne convient ni aux revêtements trop minces, ni aux revêtements doux tels que zinc ou cadmium.

## 2.6 Meulage et sciage

Meuler une arête de l'éprouvette revêtue, le sens de meulage étant du métal de base vers le dépôt. Si l'adhérence est mauvaise, le dépôt se déchire à partir de la base. On peut substituer à la meule un scie à métaux. Il est important de scier de telle manière que la force appliquée tende à séparer le revêtement du métal de base. Les essais de meulage et de sciage sont particulièrement efficaces pour les revêtements durs, tels que nickel et chrome.

## 2.7 Essai au burin

L'essai au burin s'emploie normalement pour les revêtements d'épaisseur considérable (plus de 125 µm).

Une solution consiste à placer un burin tranchant au dos d'un revêtement en porte à faux et à donner un coup sec de marteau. Si l'adhérence est bonne, le revêtement sera fendu ou tranché complètement, sans que l'accrochage du revêtement sur le métal de base ait été affecté.

En variante, on peut combiner l'essai au burin et l'essai à la scie. L'essai est effectué par sciage de l'éprouvette perpendiculairement au revêtement. Si l'adhérence n'est pas très bonne, des ruptures apparaissent immédiatement. S'il ne se produit aucun décollement à la rupture, on utilise un burin tranchant pour tenter de soulever le revêtement à l'arête. Si l'on peut écailler le revêtement à l'arête sur une

distance appréciable, cela indique une mauvaise ou faible adhérence. Le tranchant du burin doit être aiguisé avant chaque essai.

Les revêtements plus minces peuvent être essayés en remplaçant le burin par un couteau, et éventuellement de légers coups de marteau.

Les essais au burin ne conviennent pas aux revêtements doux, tels que zinc ou cadmium.

## 2.8 Essai de quadrillage

En utilisant une pointe à tracer effilée à 30°, on trace deux traits parallèles écartés d'environ 2 mm. La pression avec laquelle ces traits sont tracés doit être suffisante pour trancher complètement le revêtement jusqu'au métal de base en un seul coup. Si une partie du revêtement située entre les traits se détache du métal de base le revêtement est considéré comme ne satisfaisant pas aux essais.

En variante, on peut tracer un quadrillage constitué de carrés de 1 mm de côté et observer si le revêtement s'écaille dans la zone considérée.

## 2.9 Essai de pliage

L'essai de pliage consiste en un pliage ou un cintrage des produits revêtus. L'ampleur et la nature de cette distorsion varient selon le métal de base, la forme et la nature du revêtement et l'épaisseur relative des deux couches.

L'essai se fait généralement à la main ou à l'aide de pinces, en pliant l'éprouvette aussi rapidement que possible d'abord d'un côté puis de l'autre jusqu'à la rupture. La vitesse et le rayon de pliage peuvent être contrôlés par des machines appropriées. L'essai engendre une contrainte de cisaillement entre le métal de base et le dépôt. Si le dépôt est ductile, cette force de cisaillement est fort réduite par suite du fluage du revêtement et le métal de base peut même se rompre sans que le revêtement ne cède.

Un dépôt fragile peut se fissurer, mais cet essai donne néanmoins des renseignements quant à l'adhérence. La rupture doit être examinée pour déceler si le dépôt s'est écaillé ou si l'on peut l'enlever au couteau ou au burin.

Tout signe quelconque d'écaillage, de piquage ou l'apparition de flocons indique une mauvaise adhérence.

L'éprouvette peut être pliée avec le revêtement se trouvant à l'intérieur ou à l'extérieur. L'interprétation de l'essai et du comportement du revêtement se fait normalement sur la couche extérieure; dans certains cas pourtant il est plus instructif d'examiner l'intérieur de la pliure.

## 2.10 Essai d'enroulement

Dans cet essai, les éprouvettes (normalement en bandes ou en fils) sont enroulées autour d'un mandrin. Chaque étape de l'essai peut être normalisée : la longueur et la largeur de la bande, le taux de pliage, l'uniformité du mouvement de pliage, le diamètre de la tige autour de laquelle s'enroule l'éprouvette.

Tout signe quelconque d'écaillage, de piquage, ou l'apparition de flocons indique une mauvaise adhérence.

L'éprouvette peut être pliée, le revêtement se trouvant à l'intérieur ou à l'extérieur. L'interprétation de l'essai et du comportement du revêtement se fait normalement sur la couche extérieure; dans certains cas pourtant il est plus instructif d'examiner l'intérieur de la pliure.

### 2.11 Essai de traction

Cet essai ne convient qu'à certains types d'articles revêtus. L'article est sollicité en traction jusqu'à rupture. Des fissurations du revêtement apparaissent normalement près de la rupture mais aucun décollement ne doit se produire.

### 2.12 Essai de choc thermique

La bonne adhérence de nombreux dépôts peut se vérifier par chauffage de l'éprouvette revêtue, suivi d'un refroidissement brutal. Le principe de cet essai réside dans la différence des coefficients de dilatation du revêtement et du métal de base.

Il peut donc être réalisé lorsque ces coefficients sont assez différents. On chauffe l'éprouvette dans un four pendant une durée suffisante pour atteindre la température appropriée, indiquée dans le tableau 1. Cette température doit être maintenue à  $\pm 10$  °C près. Les métaux sujets à l'oxydation doivent être chauffés en atmosphère inerte ou réductrice ou dans des liquides appropriés.

TABLEAU 1 – Températures d'essai de choc thermique

Métal de revêtement / Métal de base	Chrome, nickel, nickel + chrome, cuivre et étain-nickel	Étain
Acier	300 °C	150 °C
Alliages de zinc	150 °C	150 °C
Cuivre et alliages de cuivre	250 °C	150 °C
Aluminium et alliages d'aluminium	220 °C	150 °C

L'éprouvette est ensuite trempée dans de l'eau à température ambiante. Il ne doit se produire aucun décollement – cloquage, écaillage ou exfoliation – du revêtement sur le métal de base.

On notera que le chauffage améliore généralement la résistance d'accrochage des dépôts électrolytiques<sup>1)</sup>; les méthodes d'essai prescrivant un chauffage de l'éprouvette ne donnent donc pas une indication correcte de la résistance d'accrochage du revêtement «tel qu'il est au moment du dépôt».

1) Dans d'autres cas, la diffusion du revêtement dans le métal de base peut créer une couche fragile et l'écaillage du revêtement est alors dû plus à la rupture qu'à un manque d'adhérence.

### 2.13 Essai d'emboutissage

L'essai d'emboutissage s'utilise généralement pour les métaux revêtus en feuilles. Les plus communs sont l'essai Erichsen et l'essai de Romanoff.

On produit une déformation du revêtement et du métal de base à l'aide d'une matrice quelconque et d'une sorte de poinçon.

Dans l'essai Erichsen, on emboutit l'éprouvette à la profondeur désirée au moyen d'un poinçon à calotte sphérique de 20 mm de diamètre, actionné à une vitesse de 0,2 à 6 mm/s par un système hydraulique approprié. Après quelques millimètres de distorsion, les dépôts de mauvaise adhérence s'écaillent sur le métal de base, tandis que les dépôts adhérents ne montrent aucun écaillage même lorsque le mandrin a fissuré le métal de base.

L'appareillage de l'essai de Romanoff consiste en une presse ordinaire équipée d'un jeu de matrices réglables pour emboutir une calotte à collerette. La collerette a 63,5 mm de diamètre et la calotte 38 mm. La profondeur de la calotte est réglable de 0 à 12,7 mm. Les éprouvettes sont généralement essayées jusqu'au point de rupture de la calotte. La partie intacte de l'embouti montre l'effet de l'emboutissage sur la structure du dépôt. Ces méthodes sont généralement employées pour les métaux durs, tels que nickel ou chrome. La variante avec «calotte à collerette» convient même pour les essais d'adhérence des revêtements ductiles.

Dans tous les cas, les résultats doivent être interprétés avec soin, puisqu'ils mettent en jeu la ductilité du dépôt et du métal de base.

### 2.14 Traitement cathodique

La pièce revêtue sert de cathode dans une solution où seul de l'hydrogène se dégage. Le cloquage se produit sous la pression de l'hydrogène gazeux qui diffuse à travers le revêtement, et s'accumule aux endroits où il y a discontinuité entre le revêtement et le métal de base.

L'essai se fait dans une solution à 5 % d'hydroxyde de sodium ( $\rho = 1,054$  g/ml) et l'éprouvette est traitée pendant 2 min, avec une densité de courant de 10 A/dm<sup>2</sup>, à 90 °C. De petites cloques se forment aux endroits où l'adhérence est mauvaise. Si le revêtement ne présente toujours aucune cloque au bout de 15 min, l'adhérence est jugée satisfaisante. On peut aussi utiliser une solution d'acide sulfurique (à 5 % m/m) à une température de 60 °C, avec une densité de courant de 10 A/dm<sup>2</sup>. Dans ces conditions, les revêtements de mauvaise adhérence forment des cloques dans les 5 à 15 min suivantes.

L'essai électrolytique se limite aux revêtements perméables à un dégagement d'hydrogène à la cathode. Les revêtements de nickel ou de nickel-chrome réagissent de façon satisfaisante à l'essai, si leur adhérence est faible. Cette méthode ne convient pas aux revêtements de métaux tels que plomb, zinc, étain, cuivre ou cadmium.

TABLEAU 2 – Essais d'adhérence convenant aux divers métaux de revêtement

Essai d'adhérence \ Métal de revêtement	Cadmium	Chrome	Cuivre	Nickel	Nickel et chrome	Argent	Étain	Alliage étain-nickel	Zinc	Or
Brunissage	*		*	*	*	*	*	*	*	*
Brunissage à la bille	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
Écaillage (soudage)			*	*		*		*		
Écaillage (colle)	*		*	*		*	*	*	*	*
Lime			*	*	*			*		
Burin		*		*	*	*		*		
Quadrillage	*		*	*	*	*	*		*	*
Pliage et torsion		*	*	*	*			*		
Moulage et sciage		*		*	*			*		
Traction	*		*	*	*	*		*	*	
Choc thermique		*	*	*	*		*	*		
Emboutissage (Erichsen)		*	*	*	*			*		
Emboutissage (Romanoff)		*	*	*	*	*		*		
Martelage à la grenaille ronde				*		*				
Traitement cathodique		*		*	*					

## ANNEXE

## ÉVALUATION DE L'ADHÉRENCE DES DÉPÔTS D'ARGENT (100 à 600 $\mu\text{m}$ ) MARTELAGE À LA GRENAILLE RONDE

Le présent essai sert à l'estimation de l'adhérence sur l'acier des dépôts d'argent d'épaisseur comprise entre 0,10 et 0,60 mm. Cet essai est uniquement qualitatif. Cette méthode ne détruit pas les pièces dont l'adhérence de revêtement est bonne.

### A.1 RÉFÉRENCE

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

### A.2 MATÉRIEL D'ESSAI

#### A.2.1 Équipement de grenailage

Grenailleuse normale à air comprimé ou du type centrifuge.

#### A.2.2 Grenaille

Grenaille d'acier sphérique de diamètre moyen 0,4 mm et de dureté égale ou supérieure à 350 HV. Les dimensions sont déterminées par tamisage et doivent correspondre aux valeurs du tableau suivant.

Maille de tamis (mm)	% de grenaille retenu
0,707	$\leq 10$
0,420	$\geq 85$
0,354	$\geq 97$

La vérification dimensionnelle doit être faite par tamisage au moins une fois par semaine sur un échantillon de grenaille de 100 g prélevé dans les buses de la grenailleuse.

### A.3 MODE OPÉRATOIRE

Avant le grenailage, soumettre toutes les pièces à un traitement de détente par chauffage à  $190 \pm 10$  °C pendant 2 h.

Masquer toutes les surfaces qui ne doivent pas être martelées.

Mesurer l'épaisseur du dépôt d'argent par une méthode non destructive (par exemple, conforme à l'ISO/R 2178). Rejeter les pièces dont l'épaisseur d'argent est inférieure à 0,10 mm ou supérieure à 0,60 mm, et celles dont la différence entre les épaisseurs maximale et minimale est de

0,125 mm. Indiquer sur toutes les pièces acceptables l'épaisseur maximale et grouper les échantillons en lots dans lesquels la différence d'épaisseur ne dépasse pas 0,125 mm.

Marteler les surfaces argentées avec l'intensité minimale Almen indiquée dans le diagramme, en fonction de l'épaisseur maximale mesurée. Avant traitement de chaque lot l'intensité de martelage doit être vérifiée par des essais sur un échantillon Almen A<sup>1)</sup>.

Cette vérification sur échantillon Almen A doit être effectuée au moins une fois par heure.

Oter le masque apposé sur les surfaces non martelées.

Examiner à l'oeil nu la surface martelée. Le martelage doit être complet. S'il existe encore des surfaces non martelées, le traitement doit reprendre.

Vérifier qu'aucune grenaille d'acier ne demeure dans le revêtement. Enlever les résidus éventuels par jets d'air.

### A.4 ÉVALUATION DES RÉSULTATS

Examiner soigneusement à l'oeil nu la surface argentée. Si l'adhérence est mauvaise, des bulles ou cloques apparaîtront sur le dépôt d'argent en cours d'essai, ou le revêtement lui-même se décollera.

### A.5 DESCRIPTION DES CONDITIONS DE MARTELAGE À LA GRENAILLE RONDE

Prélever un échantillon d'essai d'une tôle en acier au carbone d'une dureté comprise entre 400 et 500 HV 30 et d'une épaisseur de 1,6 mm; cet échantillon doit être taillé à la dimension de  $76 \pm 0,2$  mm  $\times$   $19 \pm 0,1$  mm et rectifié à une épaisseur de  $1,30 \pm 0,02$  mm.

L'écart de planéité ne doit pas dépasser une hauteur d'arc de 38  $\mu\text{m}$ , lorsqu'elle est mesurée comme spécifié ci-après.

L'échantillon étant fixé rigidement dans le dispositif de serrage que montre la figure, le marteler sur la surface exposée.

Après cette opération de martelage, sortir l'échantillon du dispositif de serrage et mesurer la courbure de la surface non martelée à l'aide d'une jauge de profondeur, l'échantillon étant posé sur quatre billes d'un diamètre de 5 mm formant un rectangle de 32 mm  $\times$  16 mm. Aligner la jauge symétriquement à l'échantillon, sa pointe centrale étant placée au centre de l'échantillon. Mesurer la hauteur d'arc au centre de l'échantillon sur toute la longueur de la jauge de 32 mm, la mesurant à 25  $\mu\text{m}$  près. S'il y a lieu, régler les conditions de martelage pour obtenir la hauteur d'arc voulue.

1) Voir chapitre A.6.