
**Couches de conversion au chromate sur
zinc, cadmium et alliages d'aluminium-zinc
et de zinc-aluminium — Méthodes d'essai**

*Chromate conversion coatings on zinc, cadmium, aluminium-zinc alloys
and zinc-aluminium alloys — Test methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3613:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3613:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente/du présent Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 3613 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 2, *Méthodes de contrôle et coordination des méthodes d'essai*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3613 :1980), dont elle constitue une révision technique.

[ISO 3613:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3613:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000>

Couches de conversion au chromate sur zinc, cadmium et alliages d'aluminium-zinc et de zinc-aluminium — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale traite de l'utilisation de substances et/ou de procédures susceptibles d'être dangereuses pour la santé si les précautions nécessaires ne sont pas prises. La présente Norme internationale concerne uniquement l'aspect technique et ne dispense en aucun cas le concepteur, le producteur ou l'utilisateur de se conformer à tout document statutaire ou à toute obligation légale liée à la santé et à la sécurité, et ce à toutes les étapes de la fabrication ou de l'utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes pour la détermination

- de la présence de couches de conversion au chromate incolores¹⁾;
- de la présence et de la quantité de chrome hexavalent dans les couches colorées et incolores sur zinc, cadmium et alliages d'aluminium (55 % en masse)-zinc et de zinc-aluminium (5 % en masse);
- de la teneur totale en chrome par unité de surface sur zinc et cadmium;
- de la masse par unité de surface des couches incolores et colorées;
- du degré d'adhérence des couches de conversion au chromate;
- de la qualité de la couche de conversion au chromate.

Ces méthodes s'appliquent

- aux couches de conversion au chromate incolores et colorées contenant du chrome trivalent et hexavalent en diverses proportions et produites par un procédé chimique ou électrochimique;
- uniquement aux couches au chromate exemptes de tout revêtement supplémentaire tel que huile, polymère à base d'eau ou solvant, ou cire.

1) L'application de couches de conversion au chromate pratiquement invisibles, minces et incolores, est fréquemment appelée «passivation», tandis que l'application de couches de conversion au chromate colorées, épaisses, est souvent appelée «chromatation». Le terme «passivation» n'est pas correct et est donc déconseillé.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3892:2000, *Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse par unité de surface — Méthodes gravimétriques.*

ISO 4520:1981, *Couches de conversion au chromate sur les dépôts électrolytiques de zinc et de cadmium.*

ISO 9227:1990, *Essais de corrosion en atmosphères artificielles — Essais aux brouillards salins.*

CEI 60068-2-30:1980, *Essais d'environnement — Deuxième partie: Essais. Essai Db et guide: Essai cyclique de chaleur humide (cycle de 12 + 12 heures).*

3 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Solution d'essai A (voir 5.2).

Dissoudre 1 mg de diphénylcarbazine dans un bécher contenant un mélange de 60 ml d'acide acétique cristallisable et 40 ml d'eau distillée. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique concentré (densité relative 1,18), agiter et ajouter lentement 30 ml d'une solution d'hypochlorite de sodium (10 % à 15 % de chlore disponible). Ajouter petit à petit 5 ml de peroxyde d'hydrogène (30 %) en continuant à tourner. Avant utilisation, laisser reposer la solution pendant 24 h dans le bécher ouvert sous hotte fermée, pour laisser les vapeurs de chlore s'échapper.

NOTE La solution ne se détériore pas en vieillissant et peut donc être conservée plusieurs mois dans un flacon muni d'un bouchon de verre. Il n'est pas nécessaire que ce flacon soit hermétiquement clos.

3.2 Solution d'essai B (voir 5.3).

Dissoudre 50 g d'acétate de plomb trihydraté $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ dans 1 litre d'eau distillée ou déionisée. Veiller à ce que le pH de la solution ainsi préparée soit compris entre 5,5 et 6,8. Si le pH de la solution est hors des limites fixées, rebuter la solution et se procurer un nouvel échantillon d'acétate de plomb.

Le précipité blanc qui apparaît éventuellement au cours de la préparation initiale de la solution peut être dissous à l'aide de quelques gouttes d'acide acétique glacial, en veillant à ce que le pH ne descende pas au-dessous de 5,5. Rebuter la solution si le précipité blanc ne disparaît pas.

3.3 Solution d'essai C (voir 5.5).

Dissoudre 0,4 g de diphénylcarbazine dans un mélange de 20 ml d'acétone et de 20 ml d'éthanol (96 %). Une fois la dissolution effectuée, ajouter 20 ml d'acide orthophosphorique à 75 % et 20 ml d'eau distillée. Préparer cette solution moins de 8 h avant l'emploi.

3.4 Solution d'essai D (voir 5.6 et 5.7).

Dissoudre 0,50 g de diphénylcarbazine dans 50 ml d'acétone. Diluer lentement, en tournant, avec 50 ml d'eau (un mélange effectué trop rapidement peut entraîner la précipitation de la diphénylcarbazine).

Pour que la solution reste stable, la conserver au réfrigérateur dans un flacon en verre coloré brun.

3.5 Acide sulfurique dilué 1 + 3.

Verser lentement 1 volume d'acide sulfurique concentré (densité 1,84) à 3 volumes d'eau.

3.6 Persulfate d'ammonium [(NH₄)₂S₂O₈].

3.7 Hydroxyde de sodium (NaOH), solution à 240 g/l.

3.8 Nitrate d'argent (AgNO₃), solution à 17 g/l).

3.9 Dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇), solution étalon.

Diluer à 1 000 ml 2 ml de solution titrée de dichromate de potassium à 4,9 g/l.

3.10 Phosphate, solution tampon.

Dissoudre 55 g de dihydrogène-orthophosphate de sodium monohydraté (NaH₂PO₄·H₂O) dans 100 ml d'eau.

4 Appareillage

4.1 Absorptiomètre photoélectrique (colorimètre), muni d'un filtre ayant une transmission moyenne de 520 nm. Utiliser l'absorptiomètre avec une cuve d'absorption de 10 mm de parcours optique.

4.2 Spectrophotomètre, réglé sur une longueur d'onde de 540 nm. Le spectrophotomètre doit être utilisé avec une cuve d'absorption de 10 mm de parcours optique.

ISO 3613:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a9fab5a-9739-4efc-9a36-1a7976464e24/iso-3613-2000>

5 Méthodes d'essai

5.1 Généralités

Avant d'effectuer les essais, la surface soumise à essai doit être débarrassée de tout contaminant, trace de doigt ou autres taches. Si, avant de procéder à l'essai, la surface est recouverte d'une pellicule huileuse, elle doit être dégraissée à l'aide d'un solvant approprié, à température ambiante (sans dépasser 35 °C). Pour les besoins des essais, les échantillons ne doivent pas être soumis à un séchage forcé, à des températures dépassant 35 °C. Aucun traitement à base de solutions alcalines ne doit être effectué, les couches de conversion au chromate se décomposent au contact des substances alcalines.

Les méthodes d'essai

- de détection d'une couche de chromate incolore sur le zinc, le cadmium et l'alliage aluminium-zinc,
- de détection de chrome hexavalent dans les couches au chromate incolores et colorées,
- de détermination de la teneur en chrome hexavalent, et
- de détermination de la teneur totale en chrome

sont expliquées en 5.2 à 5.7.

Les essais doivent être effectués dans les délais indiqués ci-après:

— pour tous les essais: 24 h après l'application de la couche de conversion au chromate (5.2 à 5.10);

- pour les essais spécifiés en 5.2 à 5.5²⁾: dans les 3 jours;
- pour les essais spécifiés en 5.6 et 5.7: dans les 30 jours.

Les méthodes d'essai

- a) de détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion au chromate,
- b) d'adhérence par abrasion, et
- c) d'évaluation de la qualité de la couche de chromate

sont expliquées respectivement en 5.8, 5.9 et 5.10.

5.2 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur zinc et cadmium

Déposer 1 goutte de la solution d'essai A (3.1) à la surface de zinc ayant reçu une couche de chromate. Si la goutte vire au rouge ou au rouge violet, cela indique formellement la présence d'un film de chromate.

5.3 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur zinc et cadmium

Déposer 1 goutte de la solution d'essai B (3.2) sur la surface à essayer.

Si la surface de base est du zinc, une tache apparaît après 3 min. La présence d'une couche de conversion au chromate incolore est formellement indiquée par l'apparition d'une tache sombre ou noire, 1 min au moins après l'application de la solution d'essai.

L'apparition de cette tache noire au bout de 3 min seulement indique formellement la présence de couches supplémentaires telles que cire ou huile.

Si la surface est du cadmium, une tache apparaît au bout de 1 min. La présence d'une couche de conversion au chromate incolore est formellement indiquée par l'apparition d'une tache sombre ou noire au moins 5 s après l'application de la solution d'essai.

L'apparition de cette tache noire au bout de 1 min seulement indique formellement la présence de couches supplémentaires telles que cire ou huile.

Soumettre au même essai une surface non traitée et comparer les résultats obtenus. Les surfaces de zinc et de cadmium non traitées ou les surfaces ayant été traitées pour recevoir une couche de conversion au chromate, mais qui n'ont pas de couche continue, réagissent avec la solution d'acétate de plomb. Cette réaction se caractérise par la formation d'une tache noire sur les surfaces non traitées ou nues de zinc et de cadmium, en l'espace de 2 s à 5 s à peine suivant l'application de la solution d'essai.

NOTE 1 En raison de sa sensibilité, cette méthode est considérée comme un outil de contrôle qualité. Il convient de ne pas soumettre à cet essai les éléments présentant des couches de chromate endommagées.

NOTE 2 Les couches de conversion au chromate qui ont été exposées à des températures supérieures à 60 °C auront une résistance à la corrosion considérablement réduite avec la méthode d'essai accélérée (5.10). L'apparition d'une tache noire se fera sur le zinc, en moins de 60 s, et sur le cadmium, en moins de 5 s.

NOTE 3 En ce qui concerne le temps de réaction et la formation de la tache noire sur les substrats en zinc ou en cadmium ayant reçu une couche de conversion au chromate incolore, les écarts compris entre 1 min et 3 min ou entre 5 s et 60 s, respectivement, ne sont pas significatifs. L'état de surface du métal de base (rugosité), les variations de la température ambiante et le contrôle précis du pH de la solution d'acétate de plomb sont autant de facteurs qui influent sur le temps de réaction. Pour cette raison, toute cotation basée sur les temps de réaction, hormis ceux indiqués précédemment, doit être écartée. Pour la même raison, l'essai ne peut être utilisé pour comparer les performances en matière de protection contre la corrosion de couches de conversion au chromate réalisées à partir de solutions de chromatisation de types différents.

2) Cela peut nécessiter des accords particuliers entre fournisseur et client.

5.4 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur les alliages d'aluminium (à 55 % en masse d'aluminium)-zinc et de zinc-aluminium (à 5 % en masse d'aluminium)

Pendant 24 h, soumettre l'éprouvette à un essai de résistance à l'humidité, conformément à la CEI 60068-2-30.

En l'absence de couche de conversion au chromate, apparaît une tache gris foncé à noir sur la majeure partie de la surface.

NOTE En présence d'une couche de conversion au chromate, cet essai n'a pas d'effet significatif sur l'aspect de la surface.

5.5 Essai de détection du chrome hexavalent dans les couches au chromate, incolores et colorées

Déposer 1 à 5 gouttes de la solution d'essai C (3.3) sur la surface à essayer. En présence de chrome hexavalent, elle va prendre, en l'espace de quelques minutes, une couleur allant du rouge au violet. Toute autre couleur apparaissant beaucoup plus tard, par exemple pendant le séchage, n'est pas à prendre en considération. Soumettre au même essai une surface non traitée et comparer les résultats obtenus.

NOTE Le traitement n'aura pas d'effet significatif sur l'aspect de la surface.

5.6 Détermination de la teneur en chrome hexavalent des couches de conversion au chromate, colorées

5.6.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

5.6.1.1 Dans une série de cinq fioles jaugées de 250 ml, verser respectivement 0 ml (dans la solution de compensation), 10 ml, 20 ml, 30 ml et 40 ml de la solution étalon de dichromate de potassium (3.9). Ajouter 100 ml d'eau et 3 ml d'acide sulfurique dilué (3.5) dans chaque fiole. Dans une des fioles, ajouter 3 ml de la solution d'essai D (3.4) et bien mélanger. Exactement 2 min après l'addition de la solution d'essai D, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.10), diluer jusqu'au trait et mélanger. Répéter l'opération pour chacune des quatre autres fioles.

5.6.1.2 Verser une partie de chaque solution dans une cuve d'absorption et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre (4.1) ou le spectrophotomètre (4.2). Relever les valeurs dans les 25 min qui suivent l'addition de la solution d'essai D (3.4), la couleur n'étant pas stable. Déduire l'absorbance de la solution de compensation (voir 5.6.1.1) de chaque valeur relevée et tracer la courbe des différences en fonction des microgrammes de chrome par 250 ml.

5.6.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément à 5.6.3 et noter le résultat.

NOTE Échantillon d'essai pour l'essai à blanc: 0 ml de la solution étalon de dichromate de potassium + addition de réactifs et de la solution d'essai, comme décrit en 5.6.1.1.

5.6.3 Détermination

5.6.3.1 Prélever une éprouvette mesurant environ 50 mm × 100 ml de l'élément revêtu. Porter 50 ml d'eau distillée à ébullition dans un récipient approprié et y plonger entièrement le spécimen d'essai. Laisser agir pendant environ 5 min tout en laissant l'eau bouillir, retirer le spécimen et le rincer au-dessus du récipient. Refroidir le récipient et son contenu à température ambiante, ajouter 3 ml de solution d'acide sulfurique (3.5) et mélanger. Transférer le contenu dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le récipient deux fois avec 10 ml à 15 ml d'eau distillée, ajouter 3 ml de la solution d'essai D (3.4) et mélanger. Exactement 2 min après l'addition de la solution d'essai D, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.10), diluer jusqu'au trait et mélanger.

5.6.3.2 Verser une partie de la solution dans une cuve d'absorption et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre (4.1) ou le spectrophotomètre (4.2). Relever la valeur dans les 25 min qui suivent l'addition de la