
**Revêtements métalliques et autres
revêtements inorganiques — Mesurage de
la masse surfacique — Présentation des
méthodes d'analyse gravimétrique et
chimique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Metallic and other inorganic coatings — Measurement of mass per unit
area — Review of gravimetric and chemical analysis methods*
(standards.iteh.ai)

ISO 10111:2000

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-
bb0d737419b5/iso-10111-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000)



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 10111:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000>

© 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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	3
4 Principe	3
5 Appareillage spécialisé	3
6 Préparation des éprouvettes	3
7 Mesurage de la surface revêtue	4
8 Détermination de la masse de revêtement par analyse chimique	4
9 Détermination gravimétrique de la masse de revêtement	5
10 Expression des résultats	6
Annexe A (normative) Réactifs pour mise en solution sélective des couches métalliques	7
Bibliographie	15

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 10111:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000>

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 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 10111 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 2, *Méthodes d'essai*.

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente Norme internationale.

[ISO 10111:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000>

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Mesurage de la masse surfacique — Présentation des méthodes d'analyse gravimétrique et chimique

AVERTISSEMENT — Les méthodes décrites dans la présente Norme internationale peuvent nécessiter l'emploi de matériaux, des opérations et des matériels dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité liés à sa mise en œuvre. Il est de la responsabilité de celui qui l'utilise de se renseigner sur les pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de définir, avant l'emploi, les prescriptions réglementaires applicables.

1 Domaine d'application

1.1 Généralités

La présente Norme internationale présente un aperçu des méthodes générales d'analyse gravimétrique ou chimique de diverses sortes ayant atteint un degré de normalisation à l'échelon national ou international, utilisées pour la détermination de la masse surfacique moyenne de revêtements obtenus par dépôt électrolytique, dépôt par immersion, dépôt autocatalytique, matoplastie, dépôt sous vide, anodisation ou conversion chimique.

Elle décrit un certain nombre de ces procédés de détermination de la masse surfacique, parmi lesquels

- des méthodes gravimétriques pour la mise en solution chimique ou électrochimique du dépôt ou du métal de base permettant la détermination de la masse surfacique du dépôt;
- des méthodes analytiques qui utilisent la mise en solution du dépôt en vue d'une détermination photométrique ou gravimétrique de la masse surfacique du dépôt;
- une méthode volumétrique ou une analyse physique du dépôt par des moyens non destructifs afin de déterminer sa masse surfacique.

Sauf pour la méthode gravimétrique décrite dans l'ISO 3892:—, la présente Norme internationale n'indique pas les incertitudes de mesurage liées aux méthodes citées.

1.2 Sources

Les méthodes d'attaque chimique mentionnées dans l'annexe A sont décrites dans des spécifications, des ouvrages publiés, ou ont été utilisées couramment dans au moins un laboratoire.

1.3 Restrictions

Les méthodes étudiées peuvent s'appliquer à de nombreuses combinaisons de revêtement et de substrat. Elles ne sont néanmoins pas utilisables si l'on ne peut pas séparer complètement le revêtement du métal de base par des moyens chimiques ou physiques, ou si un constituant commun aux deux n'est pas facilement séparable (par exemple: laiton blanc revêtu de laiton jaune).

NOTE Le mesurage de revêtements très minces sur de très petites pièces peut entraîner une diminution de la fidélité et une moindre répétabilité. La multiplication des mesurages sur des échantillons similaires, en combinant différents procédés, peut apporter une solution à ce problème.

1.4 Limites

En principe, les méthodes par gravimétrie peuvent être utilisées pour mesurer des revêtements soit très minces, soit déposés sur de petites surfaces, mais pas les deux en même temps. Les limites dépendent de la précision requise. Ainsi, une masse surfacique de 2,5 mg/cm² peut-elle se mesurer sur 1 cm² mais, pour mesurer 0,1 mg/cm², il faut une surface de 25 cm² et une masse de revêtement de 2,5 mg. Ces limites ne s'appliquent pas aux méthodes d'analyse chimique.

La méthode par gravimétrie ne détecte pas la présence de zones nues ni d'emplacements dont l'épaisseur est inférieure au minimum spécifié dans les aires de mesurage. De plus, la valeur obtenue à partir de chaque zone de mesurage correspond à l'épaisseur moyenne de cette zone. Il n'est pas possible de procéder à une analyse mathématique supplémentaire de cette valeur, effectuée par exemple pour contrôler le processus statistique.

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

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

ISO 2081:1986, *Revêtements métalliques — Dépôts électrolytiques de zinc sur fer ou acier.*

ISO 2082:1986, *Revêtements métalliques — Dépôts électrolytiques de cadmium sur fer ou acier.*

ISO 2093:1986, *Dépôts électrolytiques d'étain — Spécifications et méthodes d'essai.*

ISO 2106:1982, *Anodisation de l'aluminium et de ses alliages — Détermination de la masse par unité de surface (masse surfacique) des couches anodiques — Méthode gravimétrique.*

ISO 3892:—¹⁾, *Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse par unité de surface — Méthodes gravimétriques.*

ISO 4522-1:1985, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'argent et d'alliages d'argent — Partie 1: Détermination de l'épaisseur du dépôt.*

ISO 4524-1:1985, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or — Partie 1: Détermination de l'épaisseur du dépôt.*

ISO 7587:1986, *Dépôts électrolytiques d'alliages étain-plomb — Spécifications et méthodes d'essai.*

ISO 8407:1991, *Métaux et alliages — Élimination des produits de corrosion sur les éprouvettes d'essai de corrosion.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 3892:1980)

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions donnés dans l'ISO 2079 et dans l'ISO 2080 s'appliquent.

4 Principe

La masse de revêtement déposée sur une surface mesurée est déterminée par

- a) pesée d'une éprouvette d'essai avant et après mise en solution du revêtement dans un réactif ou un électrolyte qui n'attaque pas le métal de base;
- b) pesée du revêtement après mise en solution du métal de base dans un réactif qui n'attaque pas le revêtement; ou
- c) mise en solution du revêtement et du métal de base ou du revêtement seul, et analyse quantitative de la solution résultante.

La masse surfacique du revêtement est calculée à partir des valeurs mesurées de masse et de surface, et son épaisseur est déterminée à partir de la masse, de la surface et de la masse volumique du dépôt.

5 Appareillage spécialisé

Certaines méthodes spécifiques mentionnées dans le Tableau A.1 requièrent certains appareillages spécialisés d'analyse chimique ou électrochimique. (Voir articles 8 et 9.)

6 Préparation des éprouvettes

ISO 10111:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000>

6.1 Taille

Il convient que l'éprouvette soit assez grande pour donner un mesurage précis de la surface et de la masse. (Voir articles 8 et 9.)

6.2 Forme

Il convient que la forme de l'éprouvette facilite le mesurage de la surface. Il est d'ordinaire approprié de choisir une éprouvette rectangulaire ou circulaire.

6.3 État des rives

Si la surface à mesurer est petite et doit être connue avec précision, il se peut que l'on doive dresser les rives pour éliminer les souillures, les barbes et obtenir des rives bien définies et (pour les éprouvettes rectangulaires) droites. Il convient que cet aspect doit être envisagé pour les surfaces de moins de 100 mm².

Pour dresser les rives d'une éprouvette rectangulaire, on peut serrer l'éprouvette entre deux cales plastiques ou métalliques, la rive de l'éprouvette affleurant au bord des cales, et effectuer la rectification et le polissage sous contrôle métallographique.

6.4 Traitement thermique

Si c'est le substrat qui doit être éliminé et le métal de base conservé intact, il peut se révéler nécessaire de procéder immédiatement au traitement thermique pour empêcher le revêtement de vriller ou de se désintégrer. Certains dépôts d'or de 1,5 mg/cm² (< 0,9 µm) se désintègrent si leur substrat est mis en solution, à moins qu'on

ne leur fasse subir un traitement thermique de 3 h à 120 °C. Quand on désire déterminer l'épaisseur du revêtement (au lieu de sa masse surfacique), il est recommandé de ne pas procéder à un traitement thermique susceptible de modifier la masse volumique du matériau de revêtement.

7 Mesurage de la surface revêtue

7.1 Méthode de mesure

La précision de mesure de la surface devant être supérieure à la précision désirée pour la masse surfacique, la méthode de mesure de la surface dépend donc de la précision souhaitée et de la taille de l'éprouvette.

L'incertitude du mesurage effectué au moyen de la méthode gravimétrique est normalement inférieure à 5 % sur une large plage d'épaisseurs différentes (voir ISO 3892).

7.2 Appareillage de mesure de la surface

La surface peut être mesurée avec un planimètre mais il est plus usuel de recourir à des mesurages linéaires, souvent à l'aide d'un micromètre ou d'un pied à coulisse à vernier. Pour les grandes surfaces, une règle peut faire l'affaire.

Il est recommandé d'utiliser un microscope lorsque la précision doit être maximale.

Il peut être difficile de mesurer directement la surface des pièces filetées avec une précision suffisante. En ce cas, il convient de déterminer la surface à partir de dessins ou de tables publiées.

7.3 Nombre de mesurages

Les éprouvettes circulaires ou rectangulaires n'étant jamais parfaitement circulaires ou rectangulaires, il est recommandé de mesurer chaque dimension en trois endroits. Pour un rectangle, il convient de mesurer la longueur de chaque rive, puis la longueur et la largeur dans l'axe de l'éprouvette et de calculer la moyenne des valeurs obtenues pour chaque dimension.

NOTE Pour un cylindre il est normal de mesurer la longueur et le diamètre. Dans des spécifications sur le fil de fer métallique (pour clôture), qui a été galvanisé ou revêtu au moyen d'autres procédés, on ne mesure toutefois pas la longueur du fil-éprouvette mais on la calcule à partir de la masse (qui est mesurée dans tous les cas), du rayon et de la masse volumique du substrat en acier, comme suit:

$$l = \frac{m}{\pi r^2 \rho_s}$$

où

l est la longueur;

m est la masse;

r est le rayon;

ρ_s est la masse volumique du substrat.

8 Détermination de la masse de revêtement par analyse chimique

La méthode d'analyse chimique est très générale. On met en solution le revêtement et le métal de base dans un réactif convenable et on dose le matériau de revêtement dans la solution obtenue. Plusieurs méthodes analytiques peuvent être suivies pour chaque combinaison de revêtement et de substrat.

9 Détermination gravimétrique de la masse de revêtement

9.1 Dimensions de l'éprouvette

L'incertitude du mesurage de la masse devant être inférieure à l'incertitude souhaitée du mesurage de la masse surfacique, l'éprouvette doit donc être assez grande pour qu'on puisse peser le revêtement avec la précision désirée.

9.2 Appareillage pour analyse gravimétrique

Une balance est nécessaire pour l'analyse gravimétrique, mais sa sensibilité dépend des dimensions de l'éprouvette, de l'épaisseur du revêtement (ou de sa masse) et de la précision de mesure requise. Pour permettre de contrôler le poids des éprouvettes avant et après la dissolution des revêtements, la précision de la balance analytique doit être de 0,1 mg. Pour la mise en solution anodique et cathodique, il est nécessaire de disposer d'une source de courant continu constant.

9.3 Mode opératoire

9.3.1 Généralités

La masse du revêtement peut être déterminée

- a) par pesée de l'éprouvette avant et après mise en solution du revêtement (voir annexe A) et détermination de la différence (voir 9.3.2); ou
- b) par mise en solution du substrat (voir annexe A) et pesée directe (voir 9.3.3) du revêtement.

NOTE Il convient que l'utilisation d'une méthode gravimétrique pour la première fois donne lieu à une évaluation selon 9.3.2.2 et 9.3.3.2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-48e8-9537-bb0d737419b5/iso-10111-2000>
 ISO 10111:2000

9.3.2 Pesée différentielle

9.3.2.1 Nettoyer d'abord l'éprouvette pour la débarrasser de toute substance étrangère, puis la rincer à l'alcool (méthanol, éthanol, isopropanol) ou tout autre solvant approprié, la sécher dans un courant d'air propre et la peser. Immerger l'éprouvette dans le réactif approprié (voir annexe A) pour mettre en solution le revêtement par une action chimique ou électrochimique, la rincer à l'eau, puis à l'alcool, la sécher dans un courant d'air propre et la peser à nouveau. La masse perdue correspond à la masse du revêtement.

9.3.2.2 Pour déterminer si le substrat a bien été mis en solution, répéter l'opération sur la surface décapée en vérifiant que la durée d'immersion du matériau de base dans le réactif est identique. Toute perte de masse est le signe d'une erreur possible consécutive à une certaine mise en solution du revêtement pendant l'attaque.

9.3.3 Pesée directe

9.3.3.1 Mettre le substrat en solution dans un réactif approprié (voir annexe A). Rincer le revêtement à l'eau, puis à l'alcool (méthanol, éthanol, isopropanol) ou tout solvant approprié, le sécher dans un courant d'air sec et le peser.

9.3.3.2 Pour déterminer si une partie du revêtement n'a pas été mise en solution, soumettre le revêtement isolé au même processus d'attaque en vérifiant qu'il reste exactement le même temps dans le réactif. Toute perte de masse est le signe d'une erreur possible consécutive à une certaine mise en solution du revêtement pendant l'attaque.

10 Expression des résultats

10.1 Masse surfacique

Calculer la masse surfacique, ρ_A , en milligrammes par centimètre carré, d'après l'équation suivante:

$$\rho_A = \frac{m}{A}$$

où

m est la masse du revêtement, en milligrammes;

A est la surface, en centimètres carré.

10.2 Épaisseur

Calculer l'épaisseur, d , en micromètres, d'après l'équation suivante:

$$d = 10 \times \frac{\rho_A}{\rho_c}$$

où

ρ_A est la masse surfacique, en milligrammes par centimètre carré;

ρ_c est la masse volumique du revêtement, en grammes par centimètre cube.

NOTE La masse volumique d'un matériau de revêtement n'est généralement pas la même que dans les références bibliographiques sur le métal brut ou travaillé. Ainsi, la masse volumique de l'or déposé par voie électrolytique est-elle en général inférieure à 19,3 g/cm³ et même à 17 g/cm³. Les masses volumiques d'un certain nombre de dépôts électrolytiques sont données sous la référence [1] dans la bibliographie.

En cas d'incertitude quant à la valeur numérique de la masse volumique utilisée pour calculer l'épaisseur en micromètres à partir de la masse surfacique en milligrammes par centimètre carré, la valeur de la masse volumique utilisée doit être indiquée.

Annexe A (normative)

Réactifs pour mise en solution sélective des couches métalliques

Avec beaucoup des réactifs indiqués dans le Tableau A.1, il peut y avoir mise en solution d'autres couches que celle que l'on désire éliminer. Souvent cette mise en solution n'est pas significative, mais son éventualité doit être vérifiée comme indiqué en 9.3.2 et 9.3.3.

La mise en solution s'effectue, normalement et sauf indication contraire, à température ambiante.

Toutes les éprouvettes doivent être rincées et séchées avant la pesée.

Tableau A.1 — Réactifs pour mise en solution sélective des couches métalliques et autres dépôts inorganiques par des méthodes chimiques et électrochimiques
(les méthodes utilisant des moyens non destructifs ne nécessitent aucun réactif)

Revêtement	Métal de base	Réactifs ^a	Remarques ^b
Aluminium	Acier	(1) 20 parties en masse de NaOH + 80 parties d'eau (2) HCl concentré https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69ce852e-3091-488c-9331-bb0d737419b5/iso-10111-2000	Voir référence [1]. Plonger l'éprouvette quelques minutes (pas plus) dans le réactif à ≈ 90 °C. Frotter pendant le rinçage avec une éponge pour enlever les particules non adhérentes. Laisser égoutter. Immerger 3 s dans HCl concentré à température ambiante, frotter à nouveau sous l'eau courante, répéter toute l'opération jusqu'à disparition des réactions visibles dans l'acide chlorhydrique. Normalement 2 ou 3 cycles sont nécessaires.
Aluminium	Acier	(1) 200 g de $SbCl_3$, dans 1 litre de HCl concentré (2) 100 g de $SnCl_2 \cdot H_2O$ dans 1 litre de HCl concentré plus quelques grains d'étain	Voir références [1] et [2] Mélanger des volumes égaux de (1) et (2). Immerger l'éprouvette jusqu'à l'arrêt du dégagement d'hydrogène, soit 1 min à 4 min. Laisser à moins de 38 °C, rincer et frotter à l'aide d'un chiffon doux.
Aluminium anodisé	Aluminium	35 ml de H_3PO_4 à 85 % + 20 g de CrO_3 par litre	Voir ISO 2106:1982 et références [3] et [4] Immerger à température ambiante, rincer, sécher, peser, et répéter le cycle jusqu'à perte de masse constante.