
**Revêtements métalliques — Mesurage de
l'épaisseur — Méthode coulométrique par
dissolution anodique**

*Metallic coatings — Measurement of coating thickness — Coulometric
method by anodic dissolution*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 2177:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003>



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 Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 2177:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003>

© ISO 2003

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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Électrolyte	3
7 Facteurs influant sur la précision du mesurage	3
7.1 Épaisseur de revêtement	3
7.2 Variation du courant	3
7.3 Variation de la superficie	3
7.4 Agitation (le cas échéant)	4
7.5 Couche d'alliage entre le revêtement et le métal de base	4
7.6 Pureté du revêtement	4
7.7 État de la surface d'essai	4
7.8 Masse volumique du matériau de revêtement	4
7.9 Propreté de la cellule	4
7.10 Propreté des raccords électriques	4
7.11 Étalons (le cas échéant)	4
7.12 Dissolution non uniforme	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Généralités	5
8.2 Préparation de la surface d'essai	5
8.3 Pose de la cellule	5
8.4 Électrolyse	5
8.5 Sous-couches	5
8.6 Examen après essai	6
8.7 Revêtements d'échantillons cylindriques	6
9 Expression des résultats	6
10 Incertitude de mesure	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Électrolytes types	8
Annexe B (informative) Types d'appareils	14

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 2177 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 2, *Méthodes d'essai*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2177:1985), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 2177:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003>

Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode coulométrique par dissolution anodique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode coulométrique de mesurage, par dissolution anodique, de l'épaisseur des revêtements métalliques. Elle n'est applicable qu'aux dépôts conducteurs.

Le Tableau 1 donne des combinaisons types de dépôts et de métaux de base qui peuvent être mesurés selon cette méthode. D'autres combinaisons peuvent être essayées avec des électrolytes d'usage courant (voir Annexe A), ou avec de nouveaux électrolytes mis au point à cet effet, mais il est nécessaire, dans les deux cas, de vérifier l'aptitude à l'emploi du système complet.

La présente Norme internationale est également applicable aux systèmes multicouches, par exemple Cu-Ni-Cr (voir aussi 8.5).

Elle peut aussi être utilisée pour mesurer l'épaisseur de revêtements appliqués par divers moyens, s'il est tenu compte des particularités telles que la présence d'une couche d'alliage. Dans certains cas, il est également possible de déceler la présence et de mesurer l'épaisseur de couches de diffusion. Elle peut enfin être utilisée pour mesurer l'épaisseur des revêtements déposés sur des échantillons cylindriques et des fils (voir 8.7).

Document Preview

2 Références normatives

[ISO 2177:2003](#)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 2064:1996, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Définitions et principes concernant le mesurage de l'épaisseur*

ISO 2080, *Traitements de surface, revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 2064 et dans l'ISO 2080, ainsi que les suivants, s'appliquent.

3.1

aire de mesurage

aire de la surface significative sur laquelle un mesurage individuel est effectué

NOTE L'aire de mesurage, au sens de la présente méthode, est la surface inscrite dans le joint étanche de la cellule.

4 Principe

Soumettre le revêtement d'une aire bien définie à une dissolution anodique à l'aide d'un électrolyte approprié. La dissolution virtuellement totale du revêtement est détectée par la variation de la tension de la cellule d'électrolyse. L'épaisseur de revêtement est calculée à partir de la quantité d'électricité utilisée, en coulombs, qui peut elle-même être calculée à partir

- a) de l'intervalle de temps séparant le début de la fin de l'essai, si celui-ci est effectué à densité de courant constante;
- b) de la quantité intégrée d'électricité consommée pour dissoudre le revêtement.

5 Appareillage

5.1 Des appareils appropriés peuvent être construits à partir de pièces faciles à obtenir, mais on utilise généralement des appareils de marque complets (voir Annexe B).

5.2 Les appareils de marque à lecture directe sont utilisables avec des électrolytes recommandés par le constructeur. D'autres appareils enregistrent la quantité d'électricité, en coulombs, utilisée pour dissoudre le revêtement sur l'aire de mesure (voir 3.1), généralement en unités arbitraires, éléments à partir desquels l'épaisseur est calculée à l'aide de facteurs ou de tables de conversion.

Les appareils à lecture directe calculent électroniquement l'épaisseur à partir de la densité de courant.

Tableau 1 — Combinaisons types de revêtements et de métaux de base pouvant être mesurées par la méthode coulométrique

Revêtement	Substrat (matériau sous-jacent)							
	Al ^a	Cu et alliages de Cu	Ni	Alliages Ni-Co-Fe	Ag	Acier	Zn	Non métallique
Cd	x	x	x	—	—	x	—	x
Cr	x	x	x	—	—	x	—	x
Cu	x	Uniquement sur laiton et cuivre-béryllium	x	—	—	x	x	x
Au	x	x	x	x	x	x	—	—
Pb	x	x	x	x	x	x	—	x
Ni	x	x	—	x	—	x	—	x
Ni autocatalytique ^b	x	x	x	x	—	x	—	x
Ag	x	x	x	—	—	x	—	x
Sn	x	x	x	—	—	x	—	x
Alliages Sn-Ni	—	x	—	—	—	x	—	x
Alliages Sn-Pb ^c	x	x	x	x	—	x	—	x
Zn	x	x	x	—	—	x	—	x

^a La détection de la variation de la tension dans la cellule peut être difficile avec certains alliages d'aluminium.

^b La méthode coulométrique ne peut être appliquée que si la teneur en phosphore ou en bore de ces revêtements se situe dans certaines limites.

^c La méthode est sensible à la composition des alliages.

NOTE Voir Article 5 pour l'appareillage.

5.3 Les caractéristiques de l'appareil doivent être vérifiées sur des échantillons d'épaisseur de revêtement connue. Si la valeur indiquée par l'appareil correspond, à $\pm 5\%$ près, à l'épaisseur connue de ces échantillons, l'appareil peut être utilisé sans réglage ultérieur; sinon, la cause de l'écart doit être éliminée. Toutefois, les appareils de marque doivent toujours être étalonnés conformément aux instructions du constructeur.

Les échantillons appropriés d'épaisseur de revêtement connue doivent avoir le même type de revêtement et de métal de base que l'échantillon à mesurer, et ils doivent avoir une précision de 5 % ou mieux. L'emploi d'échantillons corrects est particulièrement important pour mesurer les revêtements d'alliages.

6 Électrolyte

L'électrolyte doit avoir une durée de conservation satisfaisante et connue et doit répondre aux conditions suivantes:

- a) aucune réaction avec le métal de revêtement en l'absence de courant électrique;
- b) dissolution anodique du revêtement avec un rendement aussi voisin de 100 % que possible;
- c) apparition d'une variation sensible du potentiel d'électrode lorsque le revêtement est perforé et lorsqu'une aire croissante de métal de base est mise à nu;
- d) mouillage complet de l'aire de mesurage exposée dans la cellule d'électrolyse.

L'électrolyte doit être choisi en fonction du métal de revêtement et du métal de base, de la densité de courant et de la circulation de l'électrolyte à l'intérieur de la cellule d'essai.

NOTE Des électrolytes types, jugés adaptés à un type donné d'appareillage contrôlant des dépôts électrolytiques divers sur des métaux de base spécifiques, sont décrits dans l'Annexe A.

Avec des appareils de marque, les électrolytes doivent normalement être choisis suivant les recommandations du constructeur.

7 Facteurs influant sur la précision du mesurage

7.1 Épaisseur de revêtement

En règle générale, sauf si un équipement spécial est utilisé, la précision est inférieure à sa valeur optimale pour les revêtements d'épaisseur supérieure à 50 μm ou inférieure à 0,2 μm .

Sur les revêtements d'épaisseur supérieure à 50 μm , il peut se produire une quantité appréciable de biseautage ou de morsures au fur et à mesure de la dissolution anodique. L'importance du biseautage est largement fonction de la méthode employée pour agiter l'électrolyte. Les morsures peuvent être éliminées ou réduites en augmentant la vitesse de dissolution, c'est-à-dire en augmentant la densité de courant employée.

7.2 Variation du courant

Avec les appareils fonctionnant à courant constant par mesure du temps, les variations de courant provoquent des erreurs. Avec les appareils à intégrateur incorporé courant-temps, une trop grande variation du courant peut modifier le rendement de dissolution anodique ou gêner la détection du point final de l'essai, provoquant ainsi une erreur.

7.3 Variation de la superficie

La précision de la mesure de l'épaisseur ne sera pas meilleure que la précision de la mesure de superficie de l'aire de mesurage. Toute variation de superficie due à l'usure du joint, à la pression du joint, etc., peut provoquer des erreurs de mesure. Une précision bien meilleure peut être obtenue lorsque les cellules d'électrolyse sont conçues de manière que les bagues d'étanchéité donnent des aires de mesurage bien définies. Dans certains cas, il peut être avantageux de mesurer l'aire après dissolution du revêtement et d'apporter la correction correspondante.

NOTE Les erreurs dues aux variations de l'aire de mesurage peuvent, dans certains cas, être réduites en modifiant l'étalonnage de l'appareil à l'aide d'étalons d'épaisseurs de revêtement. Il convient que ces étalons créent des conditions d'essai similaires à celles des essais réels, notamment pour les mesures de surfaces courbes.

7.4 Agitation (le cas échéant)

Une mauvaise agitation ou une agitation trop forte peut donner un point final erroné.

7.5 Couche d'alliage entre le revêtement et le métal de base

Le mesurage de l'épaisseur d'un revêtement par la méthode coulométrique exige implicitement qu'il y ait une frontière strictement définie entre le revêtement et le métal de base. S'il existe une couche d'alliage entre le revêtement et le métal de base, comme c'est le cas par exemple pour les revêtements déposés par immersion à chaud, le point final de l'essai coulométrique peut correspondre à un point situé dans la couche d'alliage, conduisant ainsi à une surévaluation de l'épaisseur du revêtement non allié. Voir B.1.2.

NOTE Il est possible d'utiliser un enregistreur graphique de potentiel pour déterminer le moment où démarre la dissolution du revêtement et le moment où la dissolution atteint le métal de base pur.

7.6 Pureté du revêtement

Les matériaux se déposant en même temps que le métal de revêtement (y compris les métaux d'alliage) peuvent modifier l'équivalent électrochimique effectif de ce métal, le rendement du courant anodique et la masse volumique du revêtement.

7.7 État de la surface d'essai

Huile, graisse, peinture, produits de corrosion, ingrédients de polissage, revêtements de conversion, passivité des revêtements de nickel, etc., peuvent perturber l'essai.

7.8 Masse volumique du matériau de revêtement

La méthode coulométrique mesurant intrinsèquement la masse par unité de surface, toute variation de la masse volumique par rapport à la masse volumique normale de revêtement provoque une variation correspondante des mesures d'épaisseur linéaire. Les variations normales de composition d'un alliage se traduisent par des variations petites mais significatives de la masse volumique de cet alliage et de son équivalent électrochimique.

7.9 Propreté de la cellule

Dans certains électrolytes, un dépôt de métal peut se faire sur la cathode. Ce dépôt peut modifier la tension dans la cellule ou bloquer son ouverture. Il est donc essentiel de vérifier la propreté de la cathode.

7.10 Propreté des raccordements électriques

Sur les appareils autres que ceux fonctionnant à courant constant, le manque de propreté des raccordements électriques peut perturber le rapport courant/potentiel et fausser la détermination du point final des essais.

7.11 Étalons (le cas échéant)

Les mesurages effectués avec des étalons peuvent être entachés d'erreurs supplémentaires dues aux étalons. Pour déterminer l'épaisseur de revêtement d'alliages, il est habituellement nécessaire d'utiliser de tels étalons et de les vérifier selon la même méthode.

NOTE Le revêtement des étalons peut s'avérer différent du revêtement soumis à l'essai, par exemple dans le cas du zinc produit par un acide ou par un bain électrolytique alcalin.

7.12 Dissolution non uniforme

Si le taux de dissolution n'est pas uniforme sur toute l'aire de mesurage, le point final peut être atteint plus tôt et donner des résultats sous-évalués. La surface doit donc être examinée après l'essai pour vérifier que la majeure partie du revêtement a été dissoute. Sur certains métaux de base, il se peut cependant qu'il reste une quantité visible, mais insignifiante, de revêtement.

La présence d'autres matériaux dans le revêtement, la rugosité de la surface et de l'interface du revêtement, ainsi qu'une porosité éventuelle du revêtement, peuvent amener une fluctuation de la tension dans la cellule d'électrolyse. Ces fluctuations peuvent faire apparaître prématurément le point final de l'essai.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Si un appareil du commerce est employé, suivre les instructions du constructeur quant au mode opératoire de mesurage, aux électrolytes à utiliser et éventuellement à l'étalonnage (voir 5.3). Une attention appropriée doit être apportée aux facteurs énumérés à l'Article 7.

NOTE Sur les appareils nécessitant un réglage à une tension préétablie, il convient de noter que la valeur réelle dépend du revêtement métallique particulier, de la densité du courant, de la concentration et de la température de l'électrolyte, ainsi que de la résistance du circuit, par exemple des connexions de sortie. Il est préférable, dans ces conditions, de faire un essai d'évaluation préalable.

8.2 Préparation de la surface d'essai

La surface d'essai (voir 7.7) doit être nettoyée immédiatement avant le début de l'essai.

NOTE Il peut être nécessaire d'activer la surface par des moyens mécaniques ou chimiques, mais en prenant soin de ne pas ôter de métal.

8.3 Pose de la cellule

ISO 2177:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f2445510-80bf-48c6-aa6a-f90744358163/iso-2177-2003>

Presser la cellule d'électrolyse, munie d'un joint élastique étanche, sur le revêtement de manière à mettre en contact une superficie connue avec l'électrolyte d'essai. Si le corps de la cellule est métallique, par exemple en acier inoxydable, il forme normalement cathode; sinon, prévoir une cathode appropriée (incorporée dans certains appareils en tant que partie du système d'agitation de l'électrolyte).

8.4 Électrolyse

L'électrolyte en contact avec la surface de dissolution doit être renouvelé en continu en utilisant l'agitation la plus efficace possible. L'agitation doit commencer avant le début de l'essai.

NOTE Si une simple agitation suffit pour les surfaces importantes, ce n'est pas le cas lorsqu'il s'agit de petites surfaces inférieures ou égales à 3 mm²; il convient alors d'opter pour une agitation à impulsion ou par pompage. Il est également possible d'avoir recours à une agitation ultrasonore.

Établir les connexions électriques et mettre en marche l'agitateur. Poursuivre l'électrolyse jusqu'à dissolution complète du revêtement, indiquée par la variation brusque du potentiel de l'anode ou de la tension dans la cellule, ou par le déclenchement du système de coupure automatique.

8.5 Sous-couches

Lorsqu'une ou plusieurs sous-couches doivent être mesurées en plus de la couche du dessus, vérifier que la couche du dessus a d'abord complètement disparu de la totalité de l'aire de mesurage. Retirer l'électrolyte de la cellule à l'aide d'un système d'aspiration approprié et rincer la cellule soigneusement à l'eau distillée ou déminéralisée.

Ne bouger la cellule à aucun moment pendant toutes ces opérations. Interrompre l'essai en cas du moindre déplacement.

Régler à nouveau les commandes de l'appareil pour le revêtement suivant, verser l'électrolyte approprié et poursuivre l'essai comme indiqué précédemment.

8.6 Examen après essai

Une fois l'essai ou les essais terminés, enlever l'électrolyte de la cellule, rincer à l'eau, enlever la cellule et examiner l'échantillon pour vérifier que le revêtement est complètement dissous sur l'aire circonscrite par le joint (voir 7.12).

8.7 Revêtements d'échantillons cylindriques

Si la surface est trop petite pour permettre l'emploi d'une cellule normale à joint flexible, remplacer la cellule par une cuve à électrolyte munie d'un système de support approprié, en y ajoutant un agitateur si nécessaire. Ce dispositif doit être réglable et ajusté préalablement pour permettre de plonger une longueur donnée de l'échantillon dans l'électrolyte. Avec des appareils à lecture directe, notamment ceux qui peuvent avoir plusieurs dimensions de cellules, calculer la longueur d'échantillon à immerger de manière à présenter à la cathode la même surface connue d'échantillon qu'avec une cellule d'électrolyse.

NOTE 1 Dans la majorité des cas, il est possible d'utiliser le même électrolyte mais, pour tirer le meilleur parti de la sensibilité et de la précision de l'appareil, les conditions d'essai peuvent avoir à être modifiées, par exemple la tension de coupure et le courant de dissolution.

NOTE 2 Il est nécessaire, pour une bonne précision de mesure, de connaître exactement la surface dissoute, la principale source d'erreur venant du ménisque et du champ de courant à la surface de l'électrolyte. Dans le cas de cylindres de grands diamètres, par exemple les fils métalliques, il convient de protéger du courant et de l'électrolyte l'extrémité immergée du cylindre. Il convient que la surface de l'extrémité exposée ne dépasse pas 2 % de la surface entière.

9 Expression des résultats

L'épaisseur du revêtement, d , en micromètres, est donnée par l'équation

$$d = 100k \times \frac{QE}{A\rho} \quad (1)$$

où

- k est le rendement du processus de dissolution (égal à 100 en cas de rendement à 100 %);
- Q est la quantité d'électricité, en coulombs, consommée pour dissoudre le revêtement; en cas de non-emploi d'un intégrateur incorporé, calculer Q à l'aide de l'équation (2);
- E est l'équivalent électrochimique, en grammes par coulomb, du métal de revêtement dans les conditions de l'essai;
- A est l'aire où le revêtement est dissous, en centimètres carrés, c'est-à-dire l'aire de mesurage;
- ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du revêtement.

$$Q = It \quad (2)$$

où

- I est le courant électrique, en ampères;
- t est la durée de l'essai, en secondes.