
**Revêtements métalliques et autres
revêtements inorganiques — Couches de
conversion au chromate sur zinc,
cadmium et alliages d'aluminium-zinc et
de zinc-aluminium — Méthodes d'essai**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3613:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010>



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 3613:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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

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 3613 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3613:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010>

Introduction

La présente Norme internationale spécifie des méthodes permettant de déterminer la présence, d'un point de vue qualitatif, de couches de conversion au chromate ainsi que leur teneur totale en chrome.

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'étant ni correct ni conforme à la désignation de l'ISO 2080, son emploi est donc déconseillé.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3613:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-17359bc67777/iso-3613-2010>

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — 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 nécessite l'utilisation de substances et/ou de modes opératoires susceptibles d'être préjudiciables à la santé si des mesures de sécurité adéquates ne sont pas prises. La présente Norme internationale ne traite ni des dangers pour la santé ni des questions de sécurité ou d'environnement associées à son utilisation. Il appartient à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées acceptables en termes de santé, de sécurité et d'environnement et de prendre des mesures adéquates pour satisfaire aux réglementations nationales et internationales. La conformité à la présente Norme internationale ne permet pas à elle seule de se soustraire aux obligations légales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes permettant de déterminer

- la présence de couches de conversion au chromate incolores,
- la présence de chrome hexavalent dans les couches colorées et incolores sur zinc, cadmium ou alliages d'aluminium-zinc (fraction massique d'aluminium de 55 % dans une plage de 54 % à 56 %) et de zinc-aluminium (fraction massique d'aluminium de 5 %),
- la teneur totale en chrome par unité de surface sur zinc et cadmium,
- la masse par unité de surface des couches incolores et colorées,
- le degré d'adhérence des couches de conversion au chromate, et
- la qualité des couches 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, et
- uniquement aux couches de chromate exemptes de tout revêtement supplémentaire tel que huile, polymère à base d'eau ou de solvant, ou cire.

2 Références normatives

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 3892, *Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse de revêtement par unité de surface — Méthodes gravimétriques*

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

CEI 60068-2-30, *Essais d'environnement — Partie 2-30: Essais — Essai Db: Essai cyclique de chaleur humide (cycle de 12 h + 12 h)*

3 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté équivalente, lors de l'analyse.

3.1 Solution d'essai A (voir 5.2).

Dissoudre 1 g de diphénylcarbazine dans un bécher contenant un mélange de 20 ml d'acétone, 60 ml d'acide acétique glacial et 40 ml d'eau distillée. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$), 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 volume) en continuant à remuer. Avant d'utiliser la solution, la laisser reposer pendant 24 h dans le bécher ouvert sous hotte fermée afin de laisser s'échapper les vapeurs de chlore.

La solution ne se détériore pas avec le temps et peut être conservée dans un flacon muni d'un bouchon qui n'est pas nécessairement fermé hermétiquement. Cependant, des pertes par évaporation peuvent se produire et la concentration peut changer. Il faut donc la rebuter au bout de 6 mois.

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 l d'eau distillée ou de pureté équivalente. 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.

ISO 3613:2010

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29c71e78-e74a-4943-bed3-999999999999/iso-3613-2010)

Le précipité blanc éventuellement formé 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 en dessous de 5,5. Rebuter la solution mère si le précipité blanc ne disparaît pas.

3.3 Solution d'essai C (voir 5.5).

3.3.1 Solution d'essai C 1

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.

3.3.2 Solution d'essai C 2

Ajouter 700 ml d'acide orthophosphorique (masse volumique de 1,7) à 250 ml d'eau distillée ou d'eau de pureté équivalente et compléter à 1 000 ml.

Dissoudre 1,0 g de 1,5-diphénylcarbazine dans 100 ml d'acétone en ajoutant une goutte d'acide acétique glacial pour faciliter la dissolution. Conserver la solution dans un flacon en verre sombre au réfrigérateur. La solution doit être rebutée au bout de 4 semaines.

Pour la solution étalon Cr(VI), dissoudre 0,113 g de $K_2Cr_2O_7$ dans de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente et compléter jusqu'au trait repère de 1 000 ml dans une fiole jaugée. Prélever 2,5 ml de cette solution, l'introduire dans une seconde fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait. 1 ml de cette solution étalon contient 0,1 μ g de Cr(VI). La solution doit être rebutée au bout de 9 mois.

Pour la préparation de la solution de comparaison, ajouter 1 ml d'acide phosphorique et 1 ml de solution de diphénylcarbazine à 50 ml de solution étalon de Cr(VI) et mélanger vigoureusement. Laisser reposer la solution pendant 10 min pour laisser s'achever la réaction colorée.

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

Dissoudre 0,50 g de diphénylcarbazine dans 50 ml d'acétone. Tout en agitant, diluer lentement avec 50 ml d'eau (un mélange effectué trop rapidement peut entraîner la précipitation du 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.

Ajouter lentement 1 volume d'acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$) à 3 volumes d'eau.

3.6 Persulfate d'ammonium $[(NH_4)_2S_2O_8]$.

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

3.8 Nitrate d'argent ($AgNO_3$), solution à 17 g/l.

3.9 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), solution étalon

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

3.10 Phosphate, solution tampon.

Dissoudre 55 g de dihydrogéo-orthophosphate de sodium monohydraté ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$) dans 100 ml d'eau.

4 Appareillage

Employer du matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

Nettoyer soigneusement toute la verrerie. Il est recommandé de nettoyer la verrerie en la faisant bouillir dans une solution d'acide nitrique (HNO_3) à 30 % en masse, puis en la rinçant abondamment avec de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Absorptiomètre photoélectrique (colorimètre), muni d'un filtre ayant une transmission moyenne de 520 nm. L'absorptiomètre doit être utilisé 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.

4.3 Balance analytique, capable de peser à 0,1 mg près.

5 Méthodes d'essai

5.1 Généralités

Avant d'effectuer les essais suivants, la surface soumise à essai doit être débarrassée de tout contaminant, traces de doigts ou autres taches. Si la surface est recouverte d'une fine pellicule huileuse, elle doit être dégraissée, avant de procéder à l'essai, à l'aide d'un solvant approprié à température ambiante (ne dépassant pas 35 °C). Si nécessaire, les échantillons doivent être stockés à des températures ne dépassant pas 40 °C et une humidité relative inférieure à 70 %. 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 décomposant au contact des substances alcalines. Les essais à la goutte ne sont pas toujours des moyens précis pour déterminer la présence de couches de chromate.

Les méthodes d'essai

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

sont données de 5.2 à 5.7.

iTeh STANDARD PREVIEW

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

(standards.iteh.ai)

- pour tous les essais: au moins 24 h après l'application de la couche de conversion au chromate (5.2 à 5.10);
- pour les essais spécifiés de 5.2 à 5.5: dans un délai maximal de 3 jours;
- pour les essais spécifiés en 5.6 et 5.7: dans un délai maximal de 30 jours.

Les méthodes d'essai

- de détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion au chromate,
- d'adhérence par abrasion, et
- 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

Déposer 1 goutte de la solution d'essai A (3.1) sur 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 soumise à essai.

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

L'apparition de cette tache noire au bout d'un intervalle de temps supérieur à 3 min peut indiquer la présence de couches supplémentaires, telles que cire ou huile.

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

L'apparition de cette tache noire au bout d'un intervalle de temps supérieur à 1 min peut indiquer la présence de couches supplémentaires, telles que cire ou huile.

À titre de comparaison, soumettre au même essai une surface non traitée. 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 presque instantanée 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.

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 d'épaisseur du film de chromate (dues aux conditions de traitement), 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 fondée 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.

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

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 accéléré (voir 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.

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

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

L'apparition d'une tache gris foncé à noire sur la majeure partie de la surface doit être considérée comme une indication formelle de l'absence de couche de conversion au chromate.

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

Appliquer les méthodes d'essai de détection du chrome hexavalent décrites ci-après.

5.5.1 Méthode d'essai utilisant la solution d'essai C 1

Déposer 1 à 5 gouttes de la solution d'essai C 1 (3.3.1) sur la surface soumise à l'essai. En présence de chrome hexavalent, elle va prendre, en l'espace de quelques minutes, une couleur allant du rouge au violet. Ne pas tenir compte de toute couleur apparaissant ultérieurement, par exemple pendant le séchage. À titre de comparaison, soumettre au même essai une surface non traitée.

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