

ISO/TC 107
Date: 2020-11-21
ISO 16866:2020(F)

ISO/TC 107

Secrétariat: KATS

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Détermination simultanée de l'épaisseur et du potentiel d'électrode de couches individuelles dans des dépôts de nickel multicouches (essai STEP)

Metallic and other inorganic coatings — Simultaneous thickness and electrode potential determination of individual layers in multilayer nickel deposits (STEP test)

ICS 25.220.40

- Style Definition:** Heading 1: Indent: Left: 0 pt, First line: 0 pt
- Style Definition:** Heading 2: Font: Bold, Tab stops: Not at 18 pt
- Style Definition:** Heading 3: Font: Bold
- Style Definition:** Heading 4: Font: Bold
- Style Definition:** Heading 5: Font: Bold
- Style Definition:** Heading 6: Font: Bold
- Style Definition:** ANNEX
- Style Definition:** Body Text_Center
- Style Definition:** Dimension_100
- Style Definition:** Figure Graphic
- Style Definition:** Figure subtitle
- Style Definition:** List Continue 1
- Style Definition:** List Number 1
- Style Definition:** RefNorm
- Style Definition:** AMEND Terms Heading: Font: Bold
- Style Definition:** AMEND Heading 1 Unnumbered: Font: Bold
- Formatted:** Font: Italic

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16866:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38fb50c2-b8a1-4673-8c7e-c8fdf5256e0d/iso-16866-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38fb50c2-b8a1-4673-8c7e-c8fdf5256e0d/iso-16866-2020>

Type du document: Norme internationale
Sous-type du document:
Stade du document: (60) Publication
Langue du document: F

ISO 16866:2020(F)

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Ch. de Blandonnet 8 • CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

www.iso.org

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16866:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38fb50c2-b8a1-4673-8c7e-c8fdf5256e0d/iso-16866-2020>

Sommaire	Page
Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Matériel d'essai	1
4.1 Construction de la cellule de mesure	1
4.2 Composition de la solution d'essai	3
5 Exigences	3
6 Échantillonnage	3
7 Facteurs influençant la précision de mesure	3
7.1 Électrolyte	3
7.2 Conditionnement	3
7.3 Dépôts de Ni	3
7.4 Propreté de la surface	4
7.5 Zone de mesure et pression de contact	4
7.6 Contact électrique	4
7.7 Dissolution complète	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Généralités	4
8.2 Mesurage	5
8.3 Évaluation	5
9 Incertitude de mesure	9
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Données de fidélité obtenues par l'intermédiaire d'un essai interlaboratoires	10
Bibliographie	12

ISO 16866:2020(F)

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : www.iso.org/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le Comité européen de normalisation (CEN) (en tant qu'EN 16866:2017) et a été adopté, sans modification, par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

STEP est l'abréviation du terme anglais Simultaneous Thickness and Electrode Potential determination, détermination simultanée de l'épaisseur et du potentiel d'électrode.

L'essai STEP peut servir à mesurer, en une seule étape, les paramètres pertinents (épaisseur des couches de nickel individuelles et différences de potentiel entre ces couches) pour évaluer l'évolution de la corrosion dans un système de nickel multicouches. À condition d'utiliser les instruments appropriés, il peut aussi servir à les documenter.

Il s'agit de l'adaptation de la fameuse méthode coulométrique qui sert à mesurer l'épaisseur des revêtements. Cette méthode tire parti du fait qu'il se produit un saut de potentiel dont l'amplitude peut être mesurée par rapport à une électrode de référence après la dissolution anodique d'un revêtement de nickel.

Bien que, de nos jours, l'essai STEP ait été intégré à de nombreuses normes d'entreprises, notamment dans le secteur automobile, il n'existe à l'heure actuelle aucune valeur de différence de potentiel uniforme et généralement reconnue. Actuellement, des valeurs comprises entre 80 mV et 150 mV sont prises comme référence pour les doubles couches de nickel, la couche de nickel semi-brillante étant toujours plus noble que la couche brillante.

De même, il n'existe à l'heure actuelle aucune valeur numérique obligatoire en ce qui concerne la différence de potentiel entre les couches de nickel brillantes et les couches de nickel spéciales existantes (par exemple dans le cas du chromage microporeux). D'après l'expérience pratique actuelle, la différence de potentiel est légèrement supérieure à 20 mV, la couche de nickel brillante devant toujours être moins noble que la couche de nickel spéciale.

[ISO 16866:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38fb50c2-b8a1-4673-8c7e-c8fdf5256e0d/iso-16866-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38fb50c2-b8a1-4673-8c7e-c8fdf5256e0d/iso-16866-2020>

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Détermination simultanée de l'épaisseur et du potentiel d'électrode de couches individuelles dans des dépôts de nickel multicouches (essai STEP)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesurage de l'épaisseur des couches de nickel individuelles dans des revêtements électrolytiques de nickel multicouches et des différences de potentiel entre ces couches.

Le mesurage des revêtements ou des systèmes de couches autres que les revêtements électrolytiques de nickel multicouches est hors du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

~~<std>ISO 2177, Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode coulométrique par dissolution anodique</std>~~

~~<std>ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai</std>~~

~~ISO 2177, Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode coulométrique par dissolution anodique~~

~~ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai~~

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Matériel d'essai

4.1 Construction de la cellule de mesure

La Figure 1 illustre deux exemples de construction schématique type d'une cellule de mesure utilisée pour la détermination simultanée des épaisseurs de couche et des différences de potentiel dans des

Formatted: Adjust space between Latin and Asian text, Adjust space between Asian text and numbers

Formatted: Hyperlink

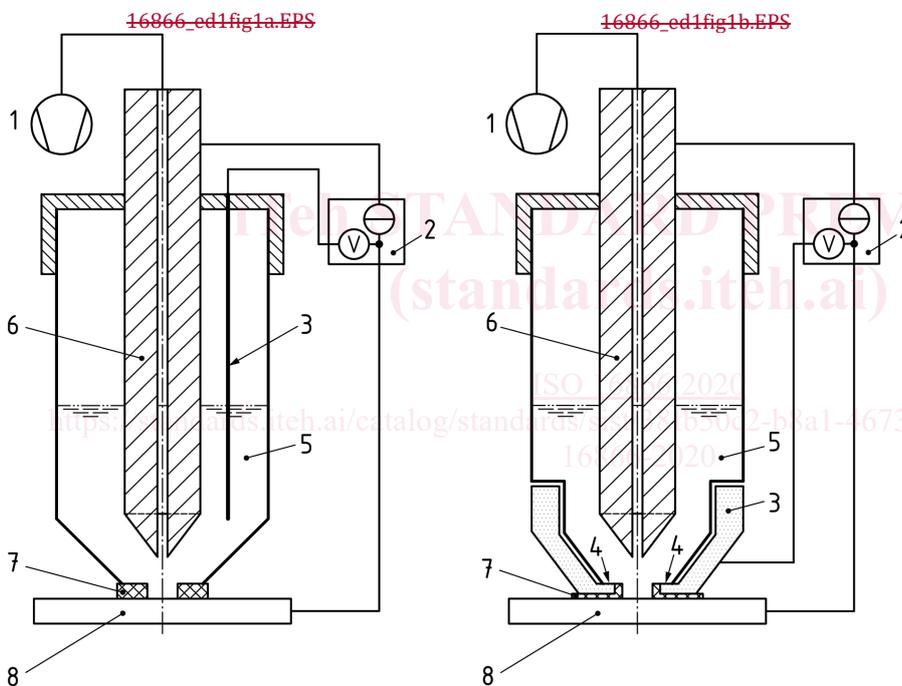
Formatted: Pattern: Clear

ISO 16866:2020(F)

revêtements de nickel multicouches. Les cellules diffèrent par la mise en œuvre de l'électrode de référence. Sur la Figure 1 a), l'électrode de référence est un fil d'argent revêtu de chlorure d'argent et positionné au bord de la cellule, tandis que sur la Figure 1 b) il s'agit d'un anneau d'argent revêtu de chlorure d'argent et positionné au fond de la cellule. En ce qui concerne l'incertitude de mesure, les deux variantes fournissent le même résultat pour le mesurage de la différence de potentiel et pour le mesurage de l'épaisseur de couche (après étalonnage), indépendamment de la mise en œuvre concrète de l'électrode de référence.

NOTE 1 L'anneau d'argent utilisé comme électrode de référence sur la Figure 1 b) est préférable dans la mesure où l'ajustement du fil d'argent, qui serait autrement nécessaire, devient inutile, ce qui conduit à des résultats qui sont plus exacts et plus reproductibles.

NOTE 2 Le volume d'électrolyte qui circule est généralement d'environ 0,1 ml par seconde.



a) Cellule de mesure avec un fil d'argent revêtu d'AgCl servant d'électrode de référence

b) Cellule de mesure avec un anneau d'argent revêtu d'AgCl, placé dans la zone mouillée par l'électrolyte, servant d'électrode de référence

Légende

- 1 pompe
- 2 instrument de mesure (avec source de courant constant et voltmètre)
- 3 électrode de référence
- 4 surface de l'électrode mouillée par l'électrolyte
- 5 électrolyte de dissolution
- 6 contre-électrode (cathode)

- 7 joint
8 électrode de travail (anode, objet du mesurage avec un système de couches de nickel)

Figure 1 — Construction schématique type d'une cellule de mesure

4.2 Composition de la solution d'essai

Chlorure de nickel(II) hexahydraté ($\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$)	300 g/l
Chlorure de sodium (NaCl)	50 g/l
Acide borique (H_3BO_3)	25 g/l
pH	3,0
Eau de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.	

Il convient que le pH soit aussi proche que possible de la valeur indiquée. Si nécessaire, il est ajusté avec de l'acide chlorhydrique dilué ou une solution d'hydroxyde de sodium.

5 Exigences

La géométrie des pièces à soumettre à l'essai doit être telle que la cellule de mesure puisse être attachée à la surface de manière étanche, aux points de mesure respectifs.

Préalablement, la surface à mesurer doit être déchromée et activée de manière appropriée (par exemple dans une dilution 1:1 d'acide chlorhydrique concentré chimiquement pur). Lors du choix des modes opératoires de déchromage et d'activation, il faut s'assurer que le revêtement de nickel n'est pas visiblement endommagé par ces modes opératoires.

6 Échantillonnage

Il convient de réaliser l'échantillonnage conformément à l'ISO 2859-1 et l'ISO 2859-2 à partir de la production courante de pièces. La marge d'erreur tolérable est spécifiée par le client.

7 Facteurs influençant la précision de mesure

7.1 Électrolyte

Chaque mesurage doit être effectué avec une nouvelle solution d'électrolyte. Les électrolytes usagés peuvent fausser les résultats de mesure.

7.2 Conditionnement

Les électrodes de référence neuves ou celles qui n'ont pas été utilisées depuis longtemps doivent être conditionnées (création d'une couche de chlorure d'argent à la surface de l'électrode) avant utilisation. Un conditionnement inadéquat ou l'absence de conditionnement conduit à des mesures faussées ou atypiques qui ne peuvent pas être interprétées correctement. Tout conditionnement et nettoyage potentiellement exigé est réalisé conformément aux informations fournies par le fabricant de l'instrument.

NOTE La qualité du conditionnement est vérifiée sur la base de mesurages comparatifs à l'aide d'étalons de référence ayant des différences de potentiel et épaisseurs de couche connues.

ISO 16866:2020(F)

7.3 Dépôts de Ni

Suite aux mesurages répétés, du Ni est déposé graduellement à la surface de la cathode. À partir d'une certaine épaisseur, ces dépôts de Ni peuvent se dissoudre de la cathode et se déplacer dans l'électrolyte sous la forme de « floccs », ce qui conduit à des courbes de mesure très bruitées et à une évaluation erronée. Il est donc nécessaire d'éliminer rapidement ces dépôts de Ni de la surface de la cathode (cette opération est réalisée mécaniquement ou, en cas de dépôts persistants, chimiquement).

7.4 Propreté de la surface

Afin d'obtenir un processus de dissolution uniforme sur toute la zone de mesure, la surface de l'éprouvette doit être exempte de contaminants et de couches d'oxydes (voir aussi l'Article 5).

7.5 Zone de mesure et pression de contact

En fonction de la taille et de la forme de l'éprouvette, il est possible de sélectionner différents joints définissant la zone de mesure. La zone de mesure influence l'incertitude de mesure. Généralement, des zones de mesure plus grandes conduisent à des incertitudes réduites.

La pression de contact exercée sur l'éprouvette par la cellule de mesure doit être suffisamment élevée pour obtenir un joint hermétique entre la cellule et la surface de l'échantillon. Toutefois, une pression trop élevée peut conduire à une réduction de la surface de dissolution active (augmentation de la surface étanche par rapport à un étalonnage effectué au préalable) et générer des erreurs de mesure. Lors de la mise en place de la cellule de mesure, les dispositions applicables du fabricant doivent être respectées.

7.6 Contact électrique

De bons contacts doivent être assurés au niveau des branchements électriques de l'installation. Une propreté insuffisante ou la présence de corrosion sur les surfaces de contact conduisent notamment à une augmentation des résistances de contact qui peuvent à leur tour conduire à des mesures très bruitées.

7.7 Dissolution complète

Pour un mesurage correct de l'épaisseur, la dernière couche de Ni doit avoir été complètement dissoute du matériau de base une fois le mesurage terminé. Ceci doit être vérifié visuellement après avoir retiré la cellule de mesure (par des moyens optiques, le cas échéant). Si des résidus de Ni sont encore détectables, ce qui signifie que le processus de dissolution est incomplet, la mesure doit être rejetée.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Le dépôt de nickel peut se faire à la fois dans des bains ordinaires (sous forme de couches mates ou semi-brillantes) et dans des bains contenant des additifs ayant des propriétés différentes en matière de brillance, de pouvoir nivelant, de ductilité, de dureté, de contrainte interne, de porosité, de résistance à l'abrasion, etc. Les additifs modifient la structure du revêtement; ils sont partiellement incorporés en l'état et peuvent donner naissance à des produits de décomposition.

La structure et la composition se manifestent par une certaine activité du précipité de nickel qui peut être déterminée sur la base de mesurages électrochimiques stationnaires.

Dans l'essai STEP, les épaisseurs de couche sont déterminées en mesurant la durée de dissolution. Elles doivent être calculées conformément à l'ISO 2177. Les potentiels de dissolution des différents types de revêtements de nickel sont obtenus en mesurant la tension entre l'électrode de référence et l'anode (éprouvette).

NOTE 1 Au cours des deux mesurages, une vitesse de dissolution uniforme est obtenue en utilisant un courant de dissolution prédéfini constant.

NOTE 2 Avec la plupart des instruments disponibles dans le commerce, l'épaisseur de la couche dissoute est calculée automatiquement à partir de la durée de dissolution et les courbes du potentiel mesuré en fonction de l'épaisseur de la couche (μm) sont tracées afin de faciliter l'évaluation.

8.2 Mesurage

La pièce de travail, qui a été préalablement déchromée et activée par des moyens appropriés (voir l'Article 5, 7.2 et 7.4), est positionnée sous la cellule de mesure comme illustré à la Figure 1 a) ou à la Figure 1 b) et elle est pressée contre le joint par en dessous de manière à assurer l'étanchéité (voir 7.5). Après le remplissage de la cellule de mesure avec la solution d'essai (voir 4.2) et, si nécessaire, l'ajustement de l'électrode de référence conditionnée, le mesurage est effectué conformément aux dispositions du fabricant de l'instrument.

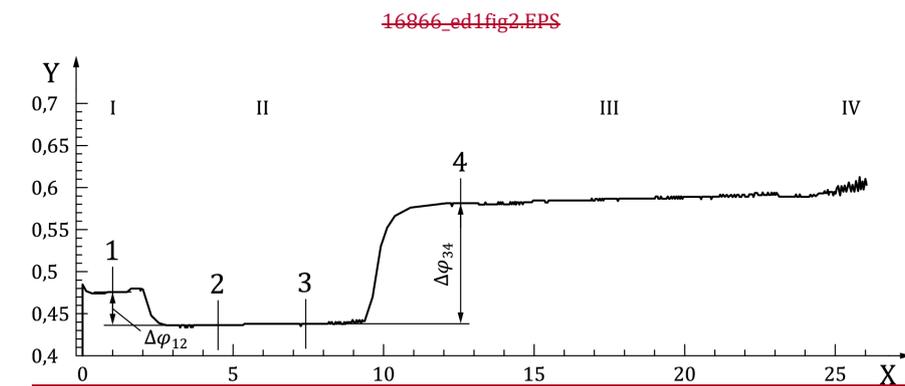
Il convient que le nombre et la position des mesures soient choisis par accord entre le client et le fournisseur.

La précision de mesure de l'instrument doit être vérifiée à intervalles réguliers au moyen d'un échantillon d'étalonnage. Il convient de tenir compte des instructions du fabricant.

L'échantillon d'étalonnage fournit à la fois les valeurs d'étalonnage pour les épaisseurs des couches individuelles d'un système de nickel multicouches et la différence de potentiel entre les couches de nickel individuelles. Pour les besoins du contrôle, l'épaisseur totale de toutes les couches de nickel est mentionnée (elle est par exemple mesurée en appliquant la méthode par spectrométrie de rayons X conformément à l'ISO 3497).

8.3 Évaluation

Les Figures 2 et 4 représentent des courbes types d'épaisseur de couche/de potentiel pour des systèmes de nickel multicouches. Sur la Figure 3, la structure du revêtement correspondant aux mesurages de la Figure 2 est représentée schématiquement.



Légende