
Norme internationale



1463

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par coupe micrographique

Metallic and oxide coatings — Measurement of coating thickness — Microscopical method

Deuxième édition — 1982-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1463:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/575144ac-a9e8-4f8d-9a0b-4268a7c6c5ed/iso-1463-1982>

CDU 621.793/.795 : 531.717 : 53.087.22

Réf. n° : ISO 1463-1982 (F)

Descripteurs : revêtement métallique, émail de porcelaine, émail vitrifié, revêtement d'oxyde, mesurage de dimension, épaisseur, métallographie, analyse microscopique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 1463 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1980.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

[ISO 1463:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/575144ac-a9e8-4f8d-9a0b-4268a7c6c5ed/iso-1463-1982)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne, R. F.	Italie	Suède
Australie	Japon	Suisse
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	URSS
Espagne	Pologne	USA
France	Portugal	Venezuela
Hongrie	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1463-1973).

Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par coupe micrographique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de mesurage, par coupe micrographique en utilisant un microscope optique, de l'épaisseur locale des revêtements métalliques, couches d'oxyde et émaux vitrifiés.

Dans de bonnes conditions, en utilisant un microscope optique, la méthode permet d'obtenir une précision absolue de 0,8 μm sur la mesure; cette précision déterminera l'aptitude de la méthode à mesurer l'épaisseur des revêtements minces.

2 Référence

ISO 2064, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Définitions et principes concernant le mesurage de l'épaisseur.*

3 Définition

épaisseur locale : Moyenne des mesures d'épaisseur faites en nombre spécifié dans la zone de référence. (Voir aussi ISO 2064.)

4 Principe

Découpage d'une portion d'échantillon, montage de celle-ci et préparation de la technique appropriée de meulage, polissage et décapage. Mesurage de l'épaisseur de revêtement sur la coupe transversale au moyen d'une échelle étalonnée.

NOTE — Ces techniques sont familières aux spécialistes des coupes métallographiques, mais certains conseils sont donnés dans le chapitre 5 et dans l'annexe A, à l'usage d'opérateurs moins expérimentés.

5 Facteurs influant sur la précision de mesure

5.1 État de surface

Si le revêtement ou son substrat ont une surface rugueuse, l'irrégularité de l'une ou l'autre interface, ou des deux, peut

affecter la précision des mesures effectuées sur la coupe. (Voir annexe A, chapitre A.4.)

5.2 Biseau de la coupe transversale

Si le plan de la coupe transversale n'est pas perpendiculaire au plan du revêtement, l'épaisseur mesurée sera supérieure à l'épaisseur vraie. Par exemple, une inclinaison de 10° contribuera à une erreur de 1,5 %.

5.3 Déformation du revêtement

Une déformation préjudiciable du revêtement peut être causée par une température ou une compression excessive pendant le montage et la préparation de coupes transversales de revêtements tendres ou de revêtements à bas point de fusion, et également par une abrasion excessive pendant la préparation de coupes transversales sur des matériaux fragiles.

5.4 Arrondi des bords de la coupe micrographique

Si la coupe transversale présente une forme bombée, c'est-à-dire si la coupe transversale n'a pas une surface complètement plane jusqu'aux extrémités, on ne peut pas observer la vraie épaisseur au microscope. Cet arrondi peut être dû à une mauvaise opération de montage, de meulage, de polissage ou de décapage. On y remédie en général par une surcouche électrolytique de l'échantillon avant montage. (Voir annexe A, chapitre A.1.)

5.5 Électrodéposition d'une surcouche

Le dépôt d'une surcouche sur l'échantillon sert à protéger les bords pendant la préparation des coupes transversales et empêche donc les erreurs de mesure. L'enlèvement de matière de revêtement pendant la préparation de la surface à l'électrodéposition peut diminuer la valeur d'épaisseur mesurée.

5.6 Décapage

Un décapage optimal produit une ligne sombre étroite et bien cernée à l'interface des deux métaux. Un décapage trop poussé donne une ligne mal définie ou trop large qui peut provoquer des erreurs de mesure.

5.7 Traces de métal répandu

Un mauvais polissage peut répandre des traces d'un métal sur l'autre et masquer ainsi la délimitation véritable entre les deux. La frontière apparente peut ainsi apparaître mal définie ou très irrégulière au lieu de donner une ligne continue précise. Pour vérifier l'absence de phénomènes de ce genre, on mesure l'épaisseur de revêtement en procédant plusieurs fois aux opérations de polissage, de décapage et de mesurage d'épaisseur. Toute variation significative de l'épaisseur apparente est signe de traces de métal répandues à l'un quelconque des mesurages.

5.8 Grossissement

Pour une épaisseur déterminée du revêtement, l'erreur de mesure augmente en général quand le grossissement diminue. Le grossissement doit, si possible, être choisi de sorte que le champ représente entre 1,5 et 3 fois l'épaisseur du revêtement.

5.9 Étalonnage de la platine micrométrique

Toute erreur dans l'étalonnage de la platine micrométrique se reportera sur la mesure de l'échantillon. Il n'est pas rare d'aboutir à des erreurs de plusieurs pour cent, si l'échelle n'a pas été étalonnée ou certifiée par un fournisseur responsable. Un moyen généralement satisfaisant d'étalonnage consiste à supposer que la longueur d'échelle complète indiquée est correcte, à mesurer chaque subdivision avec un micromètre à fils et à calculer la longueur de chaque subdivision en faisant le rapport:

ISO 1463:1982
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/575144ac-a9e8-4f8d-9a0b-4268a7c6c5ed/iso-1463-1982>

5.10 Étalonnage de l'oculaire micrométrique

L'oculaire micrométrique à fils est généralement le moyen le plus satisfaisant pour effectuer le mesurage de l'échantillon. Mais la mesure ne sera pas plus précise que l'étalonnage de l'oculaire. Cet étalonnage dépendant de l'opérateur, il faut que ce soit la même personne qui étalonne l'oculaire et qui fasse le mesurage.

On peut raisonnablement fixer à moins de 1 % la dispersion obtenue pour des étalonnages répétés de l'oculaire micrométrique. La distance entre deux lignes de la platine micrométrique utilisée pour l'étalonnage doit être connue à 0,2 µm près ou 0,1 % près (prendre le chiffre le plus élevé). (La précision de certaines platines micrométriques est certifiée par le fabricant. D'autres platines ont entraîné des erreurs de 1 à 2 µm pour des distances de mesure de 2 mm et de 0,4 µm ou plus pour des distances de mesure de 0,1 et 0,01 mm. Si la précision d'une platine micrométrique n'est pas certifiée, il faut l'étalonner.)

Certains oculaires micrométriques à fractionnement de l'image ont une non-linéarité qui introduit une erreur pouvant atteindre 1 % pour de courtes distances de mesure.

5.11 Alignement

Des erreurs peuvent être introduites par le jeu du mouvement de l'oculaire micrométrique. Si le dernier mouvement d'alignement des fils se fait toujours dans la même direction, cette erreur s'élimine.

5.12 Uniformité de grossissement

Le grossissement ne pouvant pas être uniforme sur tout le champ, des erreurs peuvent se produire si l'étalonnage et le mesurage n'ont pas lieu sur la même portion de champ, les limites du champ mesuré se centrant sur l'axe optique.

5.13 Qualité des lentilles

Le manque de netteté de l'image peut contribuer à une incertitude de la mesure. Des lentilles de mauvaise qualité affectent donc la précision de mesure. La netteté peut parfois être améliorée par l'emploi d'une lumière monochromatique.

5.14 Orientation de l'oculaire

Le mouvement d'alignement des fils de l'oculaire doit se faire perpendiculairement aux limites de la coupe micrographique. Par exemple, une erreur d'alignement de 10° contribuera à une erreur de 1,5 %.

5.15 Longueur du tube

Toute variation de la longueur du tube entraîne une variation de grossissement et provoque une erreur si elle se produit entre l'étalonnage et le mesurage. Cette variation de longueur peut résulter d'un déplacement de l'oculaire dans le tube, d'une modification de localisation et, pour certains microscopes, du réglage de l'objectif à haute définition.

6 Préparation des coupes transversales

Préparer, monter, meuler, polir et décaper l'échantillon de manière que

- la coupe transversale soit perpendiculaire au revêtement;
- sa surface soit plane et que l'image du revêtement entre sur toute sa largeur dans le champ de l'objectif au grossissement choisi pour le mesurage;
- toute la matière déformée par le découpage ou le prélèvement soit enlevée;
- les limites de la coupe transversale du revêtement soient nettement définies simplement par un aspect contrasté ou par une ligne étroite bien claire.

NOTE — Pour de plus amples détails, voir chapitre 5 et annexe A. Quelques réactifs types à utiliser pour le décapage sont décrits dans l'annexe B.

7 Mesurage

7.1 Tenir compte de tous les facteurs mentionnés dans le chapitre 5 et dans l'annexe A.

7.2 Étalonner le microscope et son dispositif de mesure à l'aide d'une platine micrométrique certifiée ou étalonnée.

7.3 Mesurer la largeur de l'image de la coupe transversale du revêtement en au moins cinq points répartis sur la longueur de la coupe micrographique.

8 Précision exigée

L'utilisation et l'étalonnage du microscope et du matériel annexe, ainsi que la préparation de la coupe transversale, doivent être effectués de manière à obtenir une précision de détermination de l'épaisseur de revêtement de l'ordre de 1 μm ou 10 % de l'épaisseur réelle (prendre le chiffre le plus élevé). On peut, dans de bonnes conditions et en utilisant un microscope optique, atteindre une précision absolue de mesure de 0,8 μm et, lorsque l'épaisseur dépasse 25 μm , espérer raisonnablement une erreur de l'ordre de 5 % ou moins.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) l'emplacement sur l'objet revêtu où a été faite la coupe micrographique;
- b) l'épaisseur mesurée en chaque point (7.3), en micromètres (ou en millimètres, si elle dépasse 1 mm) et la longueur de coupe sur laquelle se répartissent les mesures;
- c) l'épaisseur locale, c'est-à-dire la moyenne arithmétique des épaisseurs mesurées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1463:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/575144ac-a9e8-4f8d-9a0b-4268a7c6c5ed/iso-1463-1982>

Annexe A

Conseils pour la préparation et le mesurage de l'épaisseur des coupes micrographiques

A.0 Introduction

La préparation d'échantillons et le mesurage de l'épaisseur d'un revêtement dépendent en grande partie des techniques individuelles, et le nombre de techniques possibles est relativement grand. Il ne serait donc ni raisonnable de n'en donner que quelques-unes ni possible de les citer toutes. Les techniques décrites dans la présente annexe ont pour but de guider les métallographes inexpérimentés à mesurer les épaisseurs de revêtement.

A.1 Montage

Pour empêcher l'arrondi des bords de la coupe micrographique, il faut soutenir la surface libre du revêtement de manière qu'il n'y ait pas de jeu entre le revêtement et son support. À cet effet, on procède en général à un dépôt électrolytique, sur l'échantillon, d'une couche d'au moins 10 μm d'épaisseur d'un métal de dureté similaire. Dans le cas de revêtements durs et fragiles (par exemple dépôts d'oxyde ou de chrome), on a obtenu également de bons résultats en enveloppant l'échantillon serré dans une feuille d'aluminium souple.

Si le revêtement est tendre, le dépôt électrolytique d'une couche de métal encore plus tendre rend le polissage plus difficile, le métal plus tendre ayant tendance à s'éliminer plus rapidement.

Il est parfois malaisé de déposer du cuivre sur des revêtements de zinc ou de cadmium, en raison de la tendance du cuivre dissous pendant le décapage ultérieur à se déposer sur le revêtement. Il est préférable de déposer du cadmium sur le zinc et vice versa.

A.2 Meulage et polissage

Il est essentiel de maintenir la surface de la coupe transversale du montage perpendiculaire au revêtement. On y arrive facilement en insérant des pièces supplémentaires de métal similaire dans le montage en plastique, vers les bords externes, en changeant périodiquement le sens de meulage (rotation à 90°) et en meulant pendant une durée et sous une pression minimales. Si, avant le meulage, on inscrit des repères sur les côtés du montage, il est facile de mesurer l'inclinaison de la surface meulée par rapport à l'horizontale.

Le meulage des éprouvettes montées doit se faire avec un papier abrasif approprié et un lubrifiant acceptable du type eau ou white spirit, en appliquant une pression minimale pour ne pas biseauter la surface. La première passe de meulage doit se faire avec un abrasif de classe 100 ou 180 permettant de découvrir le vrai profil de l'éprouvette et d'éliminer le métal déformé. Les passes suivantes se feront avec du papier de classes 240, 320, 500 et 600, sans dépasser 30 à 40 s de meulage. À chaque changement de papier abrasif, on modifiera de 90° la direction des sillons de meulage. Un polissage final de 2 à 3 min à l'aide d'un disque tournant chargé de pâte à polir à particules de diamant de 4 à 8 μm avec une lubrification au white spirit devra suffire à éliminer les dernières rayures pour l'inspection finale.

Si le degré de finition superficielle requis doit être de qualité spéciale, on peut finir le traitement avec de la pâte à particules de diamant d'environ 1 μm .

Les particules abrasives peuvent s'incruster dans le métal pendant le meulage si le matériau est très tendre. On peut éviter ce danger en immergeant totalement des papiers abrasifs dans le lubrifiant pendant le meulage ou en utilisant une copieuse quantité de lubrifiant. Si des particules se sont quand même incrustées, on peut les enlever par polissage léger du métal après le meulage et avant la finition à la pâte à diamant ou par un ou plusieurs cycles alternés de décapage et de polissage.

A.3 Décapage

Le décapage est généralement conseillé pour obtenir un contraste maximal entre les couches de métal, pour enlever les traces de métal répandu et pour bien définir la ligne frontière du revêtement. L'annexe B donne une liste de réactifs types.

A.4 Mesurage

L'appareil de mesure peut être un micromètre à fils croisés ou un micromètre oculaire. Ce dernier a une précision inférieure. L'oculaire à fractionnement de l'image est avantageux pour les revêtements minces sur substrats rugueux. Le mesurage de l'image projetée sur un verre dépoli est généralement moins satisfaisant en raison de la perte de netteté de l'image et de la mauvaise lisibilité de la règle graduée lorsque l'image projetée est visible.

Le dispositif de mesure doit être étalonné au moins une fois avant et une fois après le mesurage, à moins que l'expérience acquise n'en dispense.

L'étalonnage et les mesurages doivent tous deux être effectués par le même opérateur, la platine micrométrique et le revêtement étant centrés dans le champ et chaque mesurage ponctuel étant fait au moins deux fois pour en retenir la moyenne.

Pour les mesurages de référence ou en cas de litiges, toutes les étapes de la préparation des coupes transversales et du mesurage de l'épaisseur du revêtement, depuis le meulage avec un abrasif de classe 600 ou de grain plus grossier jusqu'à et y compris la détermination, doivent être faites au moins deux fois. Une bonne technique et un bon matériel, utilisés sur des revêtements et des substrats lisses, doivent donner raisonnablement une répétabilité de 2 % ou 0,5 μm (prendre le chiffre le plus élevé).

Certains microscopes sont sujets à des mouvements spontanés de la platine par rapport à l'objectif en raison quelquefois de la non-uniformité des effets thermiques de la source lumineuse. Ce mouvement, s'il se produit pendant le mesurage, peut provoquer des erreurs à grossissement moyen et élevé. On peut pallier à cet inconvénient en effectuant le mesurage rapidement et en mesurant chaque distance deux fois, une fois de gauche à droite et une fois de droite à gauche.

Annexe B

Exemples de réactifs types à utiliser pour le décapage à température ambiante

AVERTISSEMENT — Prendre toutes les précautions nécessaires pour la préparation, l'emploi, la manipulation et le rejet de ces réactifs.

Réactif	Utilisation et observations
Réactif B.1 Solution d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) : 5 ml Solution d'éthanol à 95 % (V/V) : 95 ml ATTENTION — Ce mélange peut devenir explosif surtout si on le chauffe.	Pour les dépôts de nickel et de chrome sur l'acier. Attaque l'acier. Ce réactif doit être fraîchement préparé.
Réactif B.2 Chlorure de fer(III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) : 10 g Solution d'acide chlorhydrique ($\rho = 1,16$ g/ml) : 2 ml Solution d'éthanol à 95 % (V/V) : 98 ml	Pour les dépôts d'or, plomb, argent, nickel et cuivre sur l'acier, le cuivre et les alliages de cuivre. Attaque l'acier, le cuivre et les alliages de cuivre.
Réactif B.3 Solution d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) : 50 ml Acide acétique cristallisable : 50 ml	Pour déterminer l'épaisseur de chaque couche d'un revêtement multi-couches de nickel sur l'acier et les alliages de cuivre; distingue chaque couche de nickel en identifiant sa structure. Attaque le nickel; attaque à l'excès l'acier et les alliages de cuivre.
Réactif B.4 Persulfate d'ammonium : 10 g Solution d'hydroxyde d'ammonium ($\rho = 0,88$ g/ml) : 2 ml Eau distillée : 90 ml	Pour les dépôts d'étain et d'alliages d'étain sur le cuivre et les alliages de cuivre. Attaque le cuivre et ses alliages. Ce réactif doit être fraîchement préparé.
Réactif B.5 Solution d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) : 5 ml Solution d'acide fluorhydrique ($\rho = 1,14$ g/ml) : 2 ml Eau distillée : 93 ml	Pour les dépôts de nickel et de cuivre sur l'aluminium et ses alliages. Attaque l'aluminium et ses alliages.
Réactif B.6 Oxyde de chrome(VI) (CrO_3) : 20 g Sulfate de sodium : 1,5 g Eau distillée : 100 ml	Pour les dépôts de nickel et de cuivre sur les alliages à base de zinc. Également pour les dépôts de zinc et de cadmium sur l'acier. Attaque le zinc, les alliages à base de zinc et le cadmium.
Réactif B.7 Solution d'acide fluorhydrique ($\rho = 1,14$ g/ml) : 2 ml Eau distillée : 98 ml	Pour les alliages d'aluminium anodisés. Attaque l'aluminium et ses alliages.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1463:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/575144ac-a9e8-4f8d-9a0b-4268a7c6c5ed/iso-1463-1982>