

Error! Reference source not found.

ISO TC 114/SC 6 N 300

Date: 2015-12-15

ISO 3160-2:2015(F)

ISO TC 114/SC 6/GT 3

Secrétariat: SNV

Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or —
Partie 2:
Détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de
l'adhérence

Watch-cases and accessories — Gold alloy coverings — Part 2: Determination of fineness, thickness, corrosion resistance and adhesion

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3160-2:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07c10196-b43f-4372-8375-578622b22818/iso-3160-2-2015>

Type du document: **Error! Reference source not found.**

Sous-type du document: **Error! Reference source not found.**

Langue du document: **Error! Reference source not found.**

Error! Reference source not found.

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3160-2:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07c10196-b43f-4372-8375-578622b22818/iso-3160-2-2015>

Error! Reference source not found.

Sommaire	Page
Avant-propos	v
Introduction	vi
1	Domaine d'application.....1
2	Références normatives.....1
3	Termes et définitions2
4	Généralités2
5	Détermination du titre en or2
5.1	Généralités2
5.2	Méthodes de détermination2
6	Détermination de l'épaisseur.....3
7	Détermination de la résistance à la corrosion.....4
7.1	Formes de corrosion.....4
7.2	Échantillonnage et préparation4
7.2.1	Généralités4
7.2.2	Contrôle des pièces terminées (livrées prêtes à l'usage).....4
7.2.3	Contrôle d'un procédé de recouvrement (sans traitement de passivation)4
7.2.4	Surfaces non significatives4
7.3	Continuité du revêtement (essai de porosité).....5
7.3.1	Généralités5
7.3.2	Essai pour un métal de base cuivreux, avec ou sans nickel, et les alliages de fonderie à base de zinc.....5
7.3.3	Essai pour un métal de base ferreux.....5
7.3.4	Détermination impossible du métal de base.....6
7.3.5	Essai à la vapeur d'acide nitrique6
7.4	Essai à la sueur synthétique.....6
7.4.1	Récipient d'essai6
7.4.2	Solution d'essai.....6
7.4.3	Position de l'échantillon.....7
7.4.4	Température durant l'essai7
7.4.5	Durée de l'essai.....7
7.5	Essai au brouillard salin neutre7
7.5.1	Généralités7
7.5.2	Critères.....7
7.6	Contrôle des effets d'agents soufrés7
7.6.1	Essai à la thioacétamide7
7.6.2	Essai à la fleur de soufre par voie humide.....7
8	Contrôle de l'adhérence7
Annexe A (normative) Méthode pour obtenir un échantillon d'un revêtement d'alliage d'or8
A.1	Introduction8
A.2	Dissolution du métal de base8
A.3	Analyse du revêtement d'alliage d'or.....9
Annexe B (normative) Mise en œuvre des méthodes de référence de détermination du titre en or 10

Error! Reference source not found.

iii

Error! Reference source not found.

B.1	Coupe lation	10
B.2	MEB/EDS	10

Annexe C (normative) Description des principaux essais pour la détermination de l'épaisseur des revêtements d'alliage d'or			12
C.1	Méthode par dissolution et analyse chimique spécifiée dans l'ISO 27874	12	
C.2	Méthode par microsection spécifiée dans l'ISO 1463	12	
C.3	Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta spécifiée dans l'ISO 3543	12	
C.4	Méthode par spectrométrie de rayons X spécifiée dans l'ISO 3497	12	
C.5	Méthode par interférométrie spécifiée dans l'ISO 3868	12	
C.6	Méthode par coulométrie spécifiée dans l'ISO 2177	12	
C.7	Méthode par microscopie électronique à balayage spécifiée dans l'ISO 9220	13	

Bibliographie 14

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3160-2:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07c10196-b43f-4372-8375-578622b22818/iso-3160-2-2015>

Error! Reference source not found.

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, www.iso.org/directives.

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. 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/patents.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 114, *Horlogerie*, sous-comité SC 6, *Revêtements en métaux précieux*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3160-2:2003), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 3160 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or*:

- *Partie 1: Exigences générales*
- *Partie 2: Détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence*

Error! Reference source not found.

v

Error! Reference source not found.

Introduction

Les revêtements d'alliages d'or déposés sur les boîtes de montres et leurs accessoires doivent satisfaire à des exigences techniques, décoratives et doivent également respecter les réglementations nationales relatives aux métaux précieux.

La présente partie de l'ISO 3160 a pour objet de spécifier les méthodes de caractérisation de ces revêtements permettant de qualifier leur résistance à la corrosion et leur adhérence au substrat pour ce qui concerne les aspects techniques et esthétiques ainsi que les méthodes de détermination de l'épaisseur et du titre en or de ces revêtements pour vérifier qu'ils satisfont aux exigences de l'ISO 3160-1.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3160-2:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07c10196-b43f-4372-8375-578622b22818/iso-3160-2-2015>

Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or — Partie 2: Détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3160 spécifie des méthodes pour la détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence des revêtements d'alliage d'or sur les boîtes de montres et leurs accessoires, ainsi que sur les bracelets lorsque ceux-ci sont inséparables de la boîte.

Les essais ne s'appliquent qu'aux surfaces significatives.

La présente partie de l'ISO 3160 est applicable aux revêtements d'alliage d'or spécifiés dans l'ISO 3160-1.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 1463, *Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode par coupe micrographique*

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

ISO 3160-1, *Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or — Partie 1: Exigences générales*

ISO 3497, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur du revêtement — Méthodes par spectrométrie de rayons X*

ISO 3543, *Revêtements métalliques et non métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta*

ISO 3868, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode basée sur le principe de Fizeau d'interférométrie à faisceaux multiples*

ISO 4538, *Revêtements métalliques — Essai de corrosion à la thioacétamide (Essai TAA)*

ISO 9220, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode au microscope électronique à balayage*

ISO 9227, *Essais de corrosion en atmosphères artificielles — Essais aux brouillards salins*

Error! Reference source not found.

ISO 11426, *Joellerie, bijouterie — Dosage de l'or dans les alliages d'or pour la bijouterie-joaillerie — Méthode de coupellation (essai au feu)*

ISO 12687, *Revêtements métalliques — Essais de porosité — Essai à la fleur de soufre par voie humide*

ISO 14647, *Revêtements métalliques — Détermination de la porosité des revêtements d'or sur les substrats de métal — Essai à la vapeur d'acide nitrique*

ISO 27874, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or pour usages électrique, électronique et industriels — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

surface significative

partie de la surface qui reçoit le revêtement d'alliage d'or et qui est indispensable à l'aspect et à la fonction de la pièce

Note 1 à l'article: À défaut d'entente entre le fabricant et le client, une surface significative est considérée comme étant une surface qui peut être touchée par une bille de 5 mm de diamètre.

4 Généralités

Dans le contexte de la présente partie de l'ISO 3160, le terme «corrosion» comprend le ternissement et l'oxydation, aussi bien que l'attaque en profondeur et les effets d'une infiltration d'agents agressifs dans les porosités et les micro-discontinuités de la protection.

En général, sauf avis contraire, il est exigé que les surfaces revêtues d'alliage d'or n'aient subi aucune détérioration après chacun des contrôles proposés. Or, dans la pratique, cette condition n'est jamais strictement remplie et certaines altérations mineures sont observées, surtout aux bords des parties revêtues d'or. Par conséquent, l'interprétation des résultats demande une certaine dose de bon sens et, au besoin, une entente entre le fournisseur et son client. La présence de tels défauts, qui sont presque inévitables, exclut la vente de la pièce contrôlée comme article neuf. À cet égard, les contrôles sont à considérer comme destructifs.

Les méthodes de contrôle sont applicables à tous les revêtements d'alliage d'or spécifiés dans l'ISO 3160-1.

5 Détermination du titre en or

5.1 Généralités

Si le titre est mesuré sur un revêtement d'alliage d'or séparé du métal de base, la méthode utilisée pour la séparation du revêtement d'alliage d'or du métal de base ne doit pas affecter le titre du revêtement d'alliage d'or de façon significative.

Dans le cas de revêtements multicouches, la teneur mesurée du revêtement est la teneur moyenne qui doit être au minimum de 585 millièmes conformément à l'ISO 3160-1.

La méthode de séparation de l'échantillon est spécifiée dans l'Annexe A.

Error! Reference source not found.

5.2 Méthodes de détermination

L'une des méthodes suivantes doit être utilisée pour la détermination de la teneur:

- a) analyse chimique en solution aqueuse par réduction, par exemple par du dioxyde de soufre ou par tout autre réducteur approprié;
- b) analyse par:
 - 1) coupellation (essai au feu) comme spécifié dans l'ISO 11426,
 - 2) spectrométrie en dispersion d'énergie couplée au microscope électronique à balayage (MEB/EDS)
 - 3) spectrométrie d'absorption atomique,
 - 4) spectrophotométrie,
 - 5) spectrométrie de rayons X comme spécifié dans l'ISO 3497,
 - 6) spectrométrie d'émission plasma (méthode ICP);
- c) méthode par pierre de touche (utilisée seulement pour évaluer le titre approximatif);
- d) toute autre méthode physico-chimique.

Quelle que soit la méthode utilisée, elle doit être capable de donner une indication du titre avec une précision de 50 millièmes.

En cas d'arbitrage, l'analyse par coupellation ou l'analyse par MEB/EDS sont les méthodes de référence.

La mise en œuvre des deux méthodes de référence est décrite dans l'Annexe B.

6 Détermination de l'épaisseur

L'une des méthodes suivantes doit être utilisée pour la détermination de l'épaisseur des revêtements d'alliage d'or, à condition qu'une précision de mesure de $\pm 10\%$ soit garantie:

- a) méthode par microsection spécifiée dans l'ISO 1463 pour des épaisseurs de $5\ \mu\text{m}$ (-20%) et au-dessus (épaisseurs locales);
- b) méthode par dissolution et analyse chimique pour toutes les épaisseurs des revêtements d'alliage d'or (épaisseurs moyennes) spécifiée dans l'ISO 27874;
- c) dissolution et mesurage par la méthode micrométrique spécifiée dans l'ISO 1463;
- d) méthode par rétrodiffusion des rayons bêta spécifiée dans l'ISO 3543;
- e) méthode par spectrométrie de rayons X (fluorescence) spécifiée dans l'ISO 3497;
- f) méthode par coulométrie (méthode coulométrique par dissolution anodique) spécifiée dans l'ISO 2177;
- g) méthode par interférométrie à faisceaux multiples spécifiée dans l'ISO 3868;

Error! Reference source not found.

Error! Reference source not found.

- h) méthode au microscope électronique à balayage spécifiée dans l'ISO 9220;
- i) toute autre méthode physico-chimique capable de garantir la précision.

En cas d'arbitrage (épaisseurs locales), la méthode par microsection spécifiée dans l'ISO 1463 doit être utilisée.

7 Détermination de la résistance à la corrosion

7.1 Formes de corrosion

Les différentes formes de corrosion qui se manifestent sur un article revêtu d'alliage d'or peuvent être divisées en trois groupes.

- a) Corrosion du métal de base aux points où le revêtement présente des lacunes: des cellules électrochimiques peuvent agir en ces points et accélérer le processus de pénétration, ainsi qu'à la limite entre le revêtement et le métal de base.
- b) Attaque provoquée par des agents salins, ou peut-être par des agents légèrement acides (contact avec la transpiration, les matériaux d'emballage, les cuirs ou certaines matières plastiques): les produits de corrosion peuvent être de différentes couleurs, par exemple orange, violet, bleu, vert ou brun.
- c) Attaque provoquée par des agents à base de soufre (hydrogène sulfuré de l'atmosphère, caoutchouc vulcanisé, etc.): de tels agents peuvent également attaquer le métal de base aux points où le revêtement protecteur présente des lacunes; par ailleurs, ils modifient la coloration de la surface, qui peut même devenir noire et mate.

Les essais proposés permettent, dans une certaine mesure, de distinguer ces différents effets. Les revêtements d'alliage d'or doivent être résistants dans tous les milieux décrits ci-après. Selon la nature de l'article, le fournisseur peut fixer, d'accord avec son client, le nombre de pièces qu'il faudra soumettre à chaque essai.

Le développement de la corrosion est étroitement lié à l'humidité relative du milieu ambiant.

7.2 Échantillonnage et préparation

7.2.1 Généralités

Selon la nature de l'article, le fournisseur peut, avec l'accord de son client, déterminer le nombre de pièces soumises à chaque essai et les conditions de l'essai. Les conditions du contrôle doivent être énoncées dans le rapport d'essai.

Les essais pour la détermination de la résistance à la corrosion sont applicables aux pièces terminées, dans l'état où elles sont livrées à la clientèle. Ils sont aussi applicables en cours de fabrication, mais toute interprétation des résultats doit tenir compte de la forme que prendra la pièce à l'état définitif.

7.2.2 Contrôle des pièces terminées (livrées prêtes à l'usage)

Si l'article à contrôler est livré prêt à l'usage, aucune opération de nettoyage ne doit être effectuée. Il est notoire que les résidus qui subsistent après un rinçage insuffisant ont une grande influence sur le ternissement. Il est nécessaire de contrôler l'article dans l'état où il sera reçu par le client.

Error! Reference source not found.

7.2.3 Contrôle d'un procédé de recouvrement (sans traitement de passivation)

En contrôlant la qualité du revêtement sur les surfaces significatives, on doit s'efforcer d'éviter toute influence insolite. L'échantillon doit être complètement nettoyé, d'abord avec un détergent en solution aqueuse avec agitation par ultrasons, ensuite dans l'eau distillée et l'éthanol ou l'isopropanol. Le dégraissage dans un solvant chloré est insuffisant.

7.2.4 Surfaces non significatives

Les surfaces non significatives de l'objet doivent être enduites d'un vernis ou d'un revêtement suffisamment résistant pour exclure, pendant toute la durée de l'essai, toute attaque du métal protégé.

7.3 Continuité du revêtement (essai de porosité)

7.3.1 Généralités

En pratique, pour les essais de porosité, il est recommandé de tenir compte des essais donnés dans l'ISO 10308^[4].

Deleted: 3

7.3.2 Essai pour un métal de base cuivreux, avec ou sans nickel, et les alliages de fonderie à base de zinc

7.3.2.1 Récipient d'essai

L'essai doit être effectué dans un récipient fermé d'une forme appropriée, en verre ou en matière plastique résistant aux acides, pour exposer l'échantillon de tous côtés à l'atmosphère corrosive.

7.3.2.2 Solution d'essai

La solution d'essai doit avoir la composition suivante: [ISO 3160-2:2015](#)

- acide acétique: [CH_3COOH , $\rho_{20} = 1,048 \text{ g/cm}^3$ à $1,052 \text{ g/cm}^3$, $\geq 99,0 \%$ en fraction massique]: 50 % en fraction massique;
- eau déionisée: 50 % en fraction massique.

Le récipient doit être rempli de cette solution jusqu'à une hauteur de 10 mm environ. Ses parois doivent être garnies de papier buvard épais qui plonge dans le liquide.

7.3.2.3 Position de l'échantillon

L'échantillon doit être suspendu à un crochet en verre, à une distance d'au moins 30 mm du liquide et des parois du récipient.

7.3.2.4 Température durant l'essai

La température durant l'essai doit être de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

7.3.2.5 Durée de l'essai

La durée de l'essai doit être de 24 h.

Error! Reference source not found.