
NORME INTERNATIONALE



2177

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

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

Première édition — 1972-06-15

107

CDU 669.058 : 531.717 : 621.317.39

Réf. N° : ISO 2177-1972 (F)

Descripteurs : revêtement métallique, épaisseur, mesure de dimension, dissolution anodique.

Prix base sur 4 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2177 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

Elle fut approuvée en juillet 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	Suisse
Allemagne	Israël	Tchécoslovaquie
Australie	Italie	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Portugal	U.R.S.S.
France	Roumanie	U.S.A.
Hongrie	Royaume-Uni	
Inde	Suède	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

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

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie un procédé pour mesurer l'épaisseur des revêtements métalliques selon une méthode de dissolution anodique. Les dépôts électrolytiques et les métaux de base auxquels elle s'applique sont donnés dans le Tableau 1. Cette méthode peut aussi être utilisée pour mesurer l'épaisseur de revêtements appliqués par d'autres moyens, s'il est tenu compte des particularités telles que la présence de couches d'alliage.

2 PRINCIPE

Dissolution anodique du revêtement sur une aire bien définie de la surface revêtue, en utilisant un électrolyte approprié.

Détermination du point final de l'essai par la variation du potentiel d'électrode (et par conséquent du voltage de la cellule d'électrolyse) qui se produit lorsque le revêtement a pratiquement complètement disparu.

Calcul de l'épaisseur de revêtement

soit à partir de l'intervalle de temps séparant le début de la fin de l'essai, si l'essai est effectué à densité de courant constante;

soit à partir de la quantité d'électricité consommée, pour dissoudre le revêtement, déterminée directement par un intégrateur incorporé.

3 APPAREILLAGE

Divers types d'appareils peuvent être construits à partir de composants disponibles (voir Annexe A). Des appareils complets convenables peuvent également être trouvés dans le commerce.

4 ÉLECTROLYTE

L'électrolyte à utiliser doit répondre aux conditions suivantes :

- absence de réaction avec le métal de revêtement en l'absence de courant électrique;

- dissolution anodique du revêtement avec un rendement de 100 % (ou une valeur constante voisine);

- apparition d'une variation sensible du potentiel d'électrode lorsque le revêtement est perforé et qu'une aire croissante de métal de base est exposée.

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. Les électrolytes types, qui ont été trouvés convenables avec deux types d'appareillage, pour contrôler des dépôts électrolytiques divers sur des métaux de base appropriés, sont donnés dans le Tableau 1. Les applications étant énumérées dans le Tableau 1. Les électrolytes donnant satisfaction avec un type d'appareillage sont repérés par les symboles A1, A2, etc., et ceux donnant satisfaction avec le second type d'appareillage sont repérés par les symboles B1, B2, etc.

TABLEAU 1 Application des électrolytes types (voir Tableau 2) pour dépôts électrolytiques

Revêtement	Métal de base				
	Acier	Cuivre et alliages de cuivre, tels que laiton	Nickel	Aluminium	Zinc
Cadmium	A1 B1	A1 B1	A1	A1	—
Chrome	A2 B2	A3 B3	A2 B4	A2 B4	—
Cuivre	A4 B5	—	A4 B6	A4	B7
Plomb	— B8	B8	B8	—	—
Nickel	A5 B9	A5 B10	—	A5 B9	—
Argent	A6	A7 B11	A6	—	—
Etain	A3 B12	A3 B12	A3	A2 B13	—
Zinc	A8 B14	A8 B14	A8	A8	—

NOTE - Ces électrolytes peuvent ne pas convenir à tous les appareils, et lors de l'utilisation de certains instruments commerciaux, il est donc préférable de suivre les instructions du fournisseur.

TABLEAU 2 Electrolytes types

Electrolyte		Remarques
A1	Iodure de potassium (KI) : 100 g/l, avec traces d'iode	
A2	Sulfate de sodium (Na_2SO_4) : 100 g/l	
A3	Acide chlorhydrique (HCl) : 73 g/l	Diluer 175 ml d'acide chlorhydrique ($d = 1,18$) à 1 litre
A4	Hydroxyde de sodium (NaOH) : 150 g/l	
A4	Tartrate de sodium et de potassium ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) : 80 g	} dans 1 litre
	Nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) : 100 g	
A5	Nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) : 30 g	} dans 1 litre
	Thiocyanate de sodium (NaCNS) : 30 g	
A6	Nitrate de sodium (NaNO_3) : 100 g	} dans 1 litre
	Acide nitrique (HNO_3) : 5 g	
A7	Thiocyanate de potassium (KCNS) : 180 g/l	
A8	Chlorure de sodium (NaCl) : 100 g/l	
A9	Chlorure de potassium (KCl) : 30 g	} dans 1 litre
	Chlorure d'ammonium (NH_4Cl) : 30 g	
B2	Acide orthophosphorique (H_3PO_4) : 186 g	} dans 1 litre
	Oxyde chromique (CrO_3) : 10 g	
B3	Carbonate de sodium (Na_2CO_3) : 100 g/l	Pour revêtements jusqu'à 5 μm
B4	Acide orthophosphorique (H_3PO_4) : 98 g/l	Diluer 64 ml d'acide orthophosphorique ($d = 1,75$) à 1 litre
B5	Nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) : 800 g	} dans 1 litre
	Hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) ($d = 0,88$) : 10 ml	
B6	Sulfate de potassium (K_2SO_4) : 100 g	} dans 1 litre
	Acide orthophosphorique (H_3PO_4) ($d = 1,75$) : 20 ml	
B7	Acide fluosilicique (H_2SiF_6) : solution contenant au moins 30 % d'acide fluosilicique pur	Une solution légèrement moins acide peut être utilisée si un peu de fluosilicate de magnésium (MgSiF_6) est ajouté à la solution
B8	Acétate de sodium (CH_3COONa) : 200 g	} dans 1 litre
	Acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) : 200 g	
B9	Nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) : 800 g	} dans 1 litre
	Thiourée [$(\text{NH}_2)_2\text{CS}$] : 3,8 g	
B10	Acide chlorhydrique (HCl) : 42 g/l	Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique ($d = 1,18$) à 1 litre
B11	Fluorure de potassium (KF) : 100 g/l	
B12	Nitrate de potassium (KNO_3) : 100 g	} dans 1 litre
	Chlorure de potassium (KCl) : 100 g	
B13	Acide sulfurique (H_2SO_4) : 90 g	} dans 1 litre
	Fluorure de potassium (KF) : 5 g	
B14	Chlorure de potassium (KCl) : 100 g/l	
	ou	
	Chlorure de sodium (NaCl) : 100 g/l	

5 MODE OPÉRATOIRE

Nettoyer la surface à contrôler à l'aide d'un chiffon, imbibé, si nécessaire, d'un solvant organique pour la dégraisser. Pour certains revêtements, il peut être nécessaire d'utiliser un traitement supplémentaire pour s'assurer que la surface est exempte de films passifs ou de couche de

conversion. Appliquer une cellule d'électrolyse, munie d'un joint élastique et contenant une cathode annulaire, sur le revêtement, de façon qu'un cercle de surface connue soit exposé à la solution d'essai. Introduire la solution d'essai dans la cellule, disposer et actionner l'agitateur approprié à l'appareil utilisé et à l'épaisseur du dépôt.

Etablir les connexions électriques, l'éprouvette étant à l'anode

Effectuer l'électrolyse jusqu'à complète dissolution du revêtement, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'une brusque variation du potentiel d'anode ou du voltage de la cellule se manifeste, et noter la quantité d'électricité consommée.

Examiner l'éprouvette et s'assurer que le revêtement a complètement disparu sur l'aire enfermée dans la cellule.

6 CALCUL DE L'ÉPAISSEUR DU REVÊTEMENT

L'épaisseur du revêtement est donnée par la formule

$$s = 100k \frac{Q E}{A \rho}$$

ou

s est l'épaisseur du revêtement, en micromètres;

k est le rendement du procédé de dissolution (égal à 100 dans le cas d'un rendement de 100 %);

Q est la quantité d'électricité, en coulombs, correspondant à la dissolution du revêtement, et donnée par la formule $Q = it$

i étant l'intensité du courant, en ampères;

t étant la durée de l'essai, en secondes.

E est l'équivalent électrochimique du métal de

revêtement, en grammes par coulomb, pour les conditions de l'essai;

A est l'aire sur laquelle le revêtement a été dissous, en centimètres carrés;

ρ est la masse volumique de revêtement, en grammes par centimètre cube.

La formule peut également s'écrire

$$s = C.Q$$

où C est une constante pour un métal de revêtement donné et un électrolyte et une cellule donnés. La valeur C peut être déterminée expérimentalement par le mesurage effectué sur un revêtement d'épaisseur connue. Il est recommandé d'utiliser, normalement, cette dernière méthode.

7 PRÉCISION DE LA MÉTHODE

Cette méthode assure normalement une précision de $\pm 10\%$. Une précision supérieure peut être obtenue dans des circonstances particulières. La précision peut être inférieure lorsque l'épaisseur du revêtement dépasse $50\ \mu\text{m}$ ou est inférieure à $0,2\ \mu\text{m}$.

La présence d'une couche d'alliage à l'interface peut affecter la précision des résultats obtenus.

ANNEXE A

DESCRIPTION DE TYPES D'APPAREILS

A.1 GÉNÉRALITÉS

Avec un type de circuit, le courant à travers la cellule doit être réglé à une valeur constante, un chronomètre étant utilisé pour mesurer l'intervalle de temps séparant le début de la fin de l'essai. En variante, un intégrateur peut être utilisé pour mesurer la quantité d'électricité, et dans ce cas un réglage précis du courant et un mesurage séparé de l'intervalle de temps sont nécessaires.

Le point final peut être déterminé en observant la brusque variation du voltage de la cellule sur un voltmètre convenable, ou un interrupteur de relais peut être utilisé pour terminer automatiquement l'essai. Dans ce dernier cas, le relais est réglé pour fonctionner à une certaine valeur, déterminée à l'avance, du voltage de la cellule ou de la vitesse d'accroissement de voltage de la cellule.

L'intensité du courant pour mesurer l'épaisseur des revêtements sur une surface déterminée d'environ 0,2 cm² pendant un temps raisonnable, est d'environ 20 mA pour les revêtements relativement minces, comme ceux de chrome, et de 80 mA pour les revêtements relativement épais comme ceux de nickel, c'est-à-dire que, la densité de

courant convenable utilisée pour la dissolution, est approximativement de 1 à 4 kA/m²

A.2 CELLULE D'ÉLECTROLYSE

La cellule d'électrolyse consiste en un récipient cylindrique appliqué sur la pièce à contrôler par l'intermédiaire d'un joint élastique non conducteur (par exemple caoutchouc ou matière plastique). La cellule elle-même, si elle est en métal (par exemple en acier inoxydable) sera la cathode, et dans ce cas, le joint servira également d'isolant entre la cathode et l'anode.

Si la cellule est en matière isolante, une cathode séparée est utilisée et immergée dans l'électrolyte avant le début de l'essai.

L'aire de la surface à l'intérieur du joint doit être bien définie et assez réduite (environ 0,2 cm²) pour permettre d'être appliquée sur une surface courbe. Des cellules plus petites peuvent être utilisées pour mesurer l'épaisseur de revêtements sur des surfaces compliquées, mais ceci pose des problèmes en relation avec la définition et la mesure de l'aire du joint. Avec chaque cellule, la précision de la méthode est largement influencée par la précision de mesurage de l'aire sur laquelle l'essai est effectué.

Normalement, il est nécessaire d'envisager des moyens d'agitation de l'électrolyte dans la cellule, pour diminuer les variations de voltage de la cellule avant que le point final de l'essai n'ait été atteint.

