

---

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

*Metallic coatings — Measurement of coating thickness — Coulometric method by anodic dissolution*

Deuxième édition — 1985-05-15

Corrigée et réimprimée — 1986-03-01

ITIH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 2177:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c540adc1-c20b-4ca8-bac1-2e4f3f5342fa/iso-2177-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c540adc1-c20b-4ca8-bac1-2e4f3f5342fa/iso-2177-1985>



---

CDU 621.793 : 531.717 : 621.317.39

Réf. n° : ISO 2177-1985 (F)

Descripteurs : revêtement, revêtement métallique, essai, détermination, épaisseur, méthode coulométrique.

## 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2177 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

[ISO 2177:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c540adc1-c20b-4ca8-bac1-2e4f3f5342fa/iso-2177-1985)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2177-1972), dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

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

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode coulométrique de mesurage par dissolution anodique de l'épaisseur des revêtements métalliques.

Le tableau 1 donne des combinaisons types de dépôts et de métaux de base qui peuvent être mesurés par cette méthode. D'autres combinaisons peuvent être essayées avec des électrolytes d'usage courant (voir annexe B) ou de nouveaux électrolytes mis au point à cet effet, mais dans les deux cas, il est nécessaire de vérifier l'aptitude à l'emploi du système complet. La méthode est également applicable aux systèmes multicouches, par exemple Cu/Ni/Cr (voir aussi 8.6).

La méthode peut aussi être utilisée pour mesurer l'épaisseur de revêtements appliqués par divers moyens, s'il est tenu compte des particularités telles que la présence de couches d'alliage. Dans certains cas, on peut aussi déceler la présence et mesurer l'épaisseur de couches de diffusion. La méthode peut enfin être utilisée pour mesurer l'épaisseur des revêtements déposés sur des échantillons cylindriques et des fils (voir 8.8).

## 2 Référence

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

## 3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 2064, ainsi que la définition suivante sont applicables.

**aire de mesurage**: Aire de la surface significative sur laquelle un mesurage individuel est effectué.

L'aire de mesurage, au sens de la présente méthode, est la surface inscrite dans le joint étanche de la cellule.

## 4 Principe

Dissolution anodique du revêtement sur une aire bien définie à l'aide d'un électrolyte approprié. Détection de la dissolution virtuellement totale du revêtement par la variation rapide de la tension de la cellule d'électrolyse. Calcul de l'épaisseur de

revêtement à partir de la quantité d'électricité (en coulombs) utilisée, qui se calcule elle-même à partir

- de l'intervalle de temps séparant le début de la fin de l'essai si celui-ci est effectué à densité de courant constante;
- de la quantité intégrée à l'électricité consommée pour dissoudre le revêtement.

## 5 Appareillage

**5.1** Des appareils convenables peuvent être construits à partir de pièces achetées dans le commerce, mais on utilise généralement des appareils de marque complets (voir annexe A).

**5.2** Les appareils complets à lecture directe disponibles dans le commerce sont à électrolytes dont l'usage est recommandé par le constructeur. D'autres appareils enregistrent d'abord, généralement en unités arbitraires, la quantité d'électricité (en coulombs) nécessaire pour dissoudre le revêtement sur l'aire de mesure, puis calculent l'épaisseur à l'aide de facteurs ou de tables de conversion.

Les appareils à lecture directe calculent électroniquement l'épaisseur à partir de la densité de courant.

**5.3** Les caractéristiques de l'appareil doivent être vérifiées sur des échantillons d'épaisseur de revêtement connue. Si la valeur indiquée par l'appareil correspond à 5 % près à l'épaisseur connue de ces échantillons, l'appareil peut être utilisé sans calibrage ultérieur. Sinon, la cause de l'écart doit être éliminée. Les appareils de marque doivent, eux, toujours être étalonnés suivant les instructions de leur constructeur.

Les échantillons appropriés d'épaisseur de revêtement doivent avoir le même type de revêtement et de métal de base que l'échantillon à mesurer et ils doivent avoir une précision de 5 % ou meilleure. L'emploi d'échantillons corrects est particulièrement important pour mesurer les revêtements d'alliages.

## 6 Électrolyte

L'électrolyte à utiliser doit avoir une durée de conservation satisfaisante et connue et doit répondre aux conditions suivantes:

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

**Tableau 1 – Combinaisons types de revêtements et de métaux de base pouvant être mesurées par la méthode coulométrique**

Revêtement	Matériau de base							
	Acier	Alliage nickel-cobalt-fer (du type Kovar)	Aluminium *	Argent	Cuivre et alliages de cuivre	Nickel	Zinc	Non métallique
Alliages étain-plomb **	X	X	X	—	X	X	—	X
Argent	X	—	X	—	X	X	—	X
Cadmium	X	—	X	—	X	X	—	X
Chrome	X	—	X	—	X	X	—	X
Cuivre	X	—	X	—	Uniquement sur laiton et Cu-Be	X	X	X
Étain	X	—	X	—	X	X	—	X
Nickel	X	X	X	—	X	—	—	X
Nickel auto-catalytique ***	X	X	X	—	X	X	—	X
Plomb	X	X	X	X	X	X	—	X
Zinc	X	—	X	—	X	X	—	X

\* La détection de la variation de la tension dans la cellule peut être difficile avec quelques alliages d'aluminium.

\*\* La méthode est sensible à la composition d'alliages.

\*\*\* La méthode coulométrique ne peut être utilisée que si ces revêtements ont une teneur limitée en phosphore ou en bore.

b) dissolution anodique du revêtement avec un rendement aussi voisin de 100 % que possible;

c) apparition d'une variation sensible du potentiel d'électrode lorsque le revêtement est perforé et lorsqu'une aire croissante de métal de base est mise à nu;

d) mouillage complet de l'aire de mesure exposée dans la cellule d'électrolyse.

Sur les revêtements d'épaisseur supérieure à 50 µm, il peut se produire une quantité appréciable de biseautage ou de morsures au fur et à mesure de la dissolution anodique. Le biseautage est largement fonction de la méthode employée pour agiter l'électrolyte. Quant aux morsures, elles peuvent être éliminées ou réduites, en augmentant la vitesse de dissolution, c'est-à-dire en augmentant la densité de courant employée.

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. Des électrolytes types, trouvés convenables avec un type donné d'appareillage contrôlant des dépôts électrolytiques divers sur des métaux de base spécifiques sont décrits dans l'annexe B.

Avec des appareils de marque, les électrolytes doivent normalement être choisis suivant les recommandations du constructeur.

## 7 Facteurs influant sur la précision du mesurage

Les facteurs suivants peuvent influencer sur la précision d'un mesurage d'épaisseur de revêtement.

### 7.1 Épaisseur de revêtement

En règle générale, sauf utilisation d'un équipement spécial, la précision est inférieure à sa valeur optimale pour les revêtements d'épaisseur supérieure à 50 µm et inférieure à 0,2 µm.

### 7.2 Variation du courant

Avec les appareils fonctionnant à courant constant par mesure du temps, les variations de courant provoqueront des erreurs. Avec les appareils à intégrateur incorporé courant-temps, une trop grande variation du courant peut modifier le rendement de dissolution anodique ou gêner la détection du point final de l'essai.

### 7.3 Variation de superficie

La précision de la mesure d'épaisseur ne sera pas meilleure que la précision de la mesure de superficie de l'aire de mesure. Toute variation de superficie due à l'usure du joint, à la pression du joint, etc., peut provoquer des erreurs de mesure. Une précision bien meilleure est possible lorsque les cellules d'électrolyse sont conçues de manière que les bagues d'étanchéité donnent des aires de mesure bien définies.<sup>1)</sup> Dans certains cas, il peut être avantageux de mesurer l'aire après dissolution du revêtement et d'apporter la correction correspondante.

### 7.4 Agitation (le cas échéant)

Une mauvaise agitation peut donner un point final erroné.

1) Les erreurs dues aux variations de l'aire de mesure peuvent, dans certains cas, être réduites par modification de l'étalonnage de l'appareil à l'aide d'étalons d'épaisseurs de revêtement. Ces étalons devraient créer des conditions d'essai similaires à celles des essais réels, notamment pour les mesures de surfaces courbes.

## 7.5 Couche d'alliage entre un revêtement et le métal de base

La mesure de l'épaisseur d'un revêtement par la méthode coulométrique exige implicitement qu'il y ait une frontière strictement définie entre le revêtement et le métal de base. S'il existe une couche d'alliage entre les deux, comme c'est le cas par exemple pour les revêtements déposés par immersion à chaud<sup>1)</sup>, le point final de l'essai coulométrique peut correspondre à un point situé dans la couche d'alliage et conduire ainsi à une surévaluation de l'épaisseur du revêtement non allié.

## 7.6 Pureté du revêtement

Les matériaux se déposant en même temps que le métal de revêtement (y compris les métaux d'alliage) peuvent modifier l'équivalent électrochimique effectif de ce métal, le rendement du courant anodique et la masse volumique du revêtement.

## 7.7 État de la surface mesurée

Des éléments tels que : huile, graisse, peinture, produits de corrosion, ingrédients de polissage, revêtements de conversion, passivité des revêtements de nickel, etc., peuvent influencer sur la mesure.

## 7.8 Masse volumique du matériau de revêtement

La méthode coulométrique mesurant intrinsèquement la masse par unité de surface, toute variation par rapport à la normale de la masse volumique du métal de revêtement provoque une variation correspondante des mesures d'épaisseur linéaire. Les variations normales de composition d'un alliage donnent des variations petites mais significatives de la masse volumique de cet alliage et de son équivalent électrochimique.

## 7.9 Propreté de la cellule

Dans certains électrolytes, un dépôt de métal peut se faire sur la cathode. Ce dépôt peut modifier la tension dans la cellule ou bloquer son ouverture. Il est donc essentiel de vérifier la propreté de la cathode.

## 7.10 Propreté des raccords d'essais électriques

Sur les appareils autres que ceux qui fonctionnent à courant constant, le manque de propreté des raccordements électriques peut perturber le rapport courant/potentiel et fausser la détermination du point final des essais.

## 7.11 Étalons (le cas échéant)

Les mesurages faits avec des étalons peuvent être entachés d'erreurs supplémentaires dues aux étalons. Pour déterminer l'épaisseur de revêtement d'alliages, il est habituellement nécessaire d'utiliser de tels étalons et de les vérifier par la même méthode.

## 7.12 Dissolution non uniforme

Si le taux de dissolution n'est pas uniforme sur toute l'aire de mesure, le point final peut être atteint plus tôt et donner des résultats sous-évalués. Il faut donc examiner la surface après l'essai pour vérifier que la majeure partie du revêtement a été dissoute. Sur certains métaux de base, il se peut, cependant, qu'il reste une quantité visible, mais insignifiante de revêtement.

La présence d'autres matériaux dans le revêtement, la rugosité de la surface et de l'interface du revêtement ainsi qu'une porosité éventuelle de celle-ci peuvent amener une fluctuation de la tension dans la cellule d'électrolyse. Ces fluctuations peuvent agir sur l'apparition du point final de l'essai en l'avancant.

# 8 Mode opératoire

## 8.1 Généralités

Si l'on emploie un appareil du commerce, suivre les instructions du constructeur quant au mode opératoire de la mesure, aux électrolytes à utiliser et éventuellement à l'étalonnage (voir 5.3). Tenir compte attentivement des facteurs indiqués dans le chapitre 7.

## 8.2 Tension pré-établie

Sur les appareils réglés à une tension pré-établie, on note que la valeur réelle dépend du revêtement métallique particulier, de la densité du courant, de la concentration et de la température de l'électrolyte, ainsi que de la résistance du circuit, par exemple des connexions de sortie. Il est préférable, dans ces conditions, de faire un essai d'évaluation préalable.

## 8.3 Préparation de la surface à mesurer

Nettoyer si nécessaire la surface à mesurer (voir 7.7) avec un solvant organique approprié. Activer aussi, si nécessaire, la surface par des moyens mécaniques ou chimiques, mais en prenant soin dans ce cas de ne pas ôter de métal.

## 8.4 Pose de la cellule

Presser la cellule d'électrolyse munie d'un joint élastique étanche sur le revêtement de manière à mettre en contact une superficie connue avec l'électrolyte d'essai. Si le corps de la cellule est métallique (par exemple acier inoxydable), il forme normalement cathode ; sinon, en prévoir une (elle fait partie dans certains appareils du système d'agitation de l'électrolyte).

## 8.5 Electrolyse

Placer l'électrolyte dans la cellule et vérifier qu'aucune bulle d'air ne se produit en surface. Si nécessaire, mettre en place le mécanisme d'agitation approprié. Établir les connexions électriques et mettre en marche l'agitateur. Poursuivre l'électrolyse jusqu'à dissolution complète du revêtement, c'est-à-dire

1) Voir la note de bas de page relative au chapitre A.1.

jusqu'à la variation brusque du potentiel de l'anode ou de la tension dans la cellule, ou jusqu'au déclenchement du système de coupure automatique.

### 8.6 Sous-couches

Lorsqu'une ou plusieurs sous-couches doivent être mesurées en plus de la couche du dessus, vérifier que cette dernière a complètement disparu de la totalité de l'aire de mesure. Retirer l'électrolyte de la cellule à l'aide d'un système d'aspiration approprié et rincer la cellule soigneusement à l'eau distillée ou déminéralisée.

Surtout, ne pas bouger la cellule pendant toutes ces opérations. Interrompre l'essai en cas du moindre déplacement.

Régler à nouveau les commandes de l'appareil pour le revêtement suivant, verser l'électrolyte approprié et poursuivre l'essai comme indiqué précédemment.

### 8.7 Examen après essai

Une fois l'essai (ou les essais) terminé(s), enlever l'électrolyte de la cellule, rincer à l'eau, enlever la cellule et examiner l'échantillon pour vérifier que le revêtement est complètement dissous sur l'aire circonscrite par le joint (voir 7.12).

### 8.8 Revêtements d'échantillons cylindriques

Si la surface d'essai est trop petite pour permettre l'emploi d'une cellule normale à joint flexible, la remplacer par une cuve à électrolyte munie d'un système de support approprié, en y ajoutant un agitateur, si nécessaire. Le support doit être réglable et ajusté préalablement pour plonger une longueur donnée de l'échantillon dans l'électrolyte. Avec des appareils à lecture directe, notamment ceux qui peuvent avoir plusieurs dimensions de cellules, calculer la longueur d'échantillon à immerger de manière à présenter à la cathode la même surface connue d'échantillon qu'avec une cellule d'électrolyse.

Dans la majorité des cas, il est possible d'utiliser le même électrolyte mais, pour tirer le meilleur parti de la sensibilité et de la précision de l'appareil, les conditions d'essai peuvent avoir à être modifiées, par exemple la tension de coupure et le courant de dissolution.

NOTE — Il est nécessaire, pour une bonne précision de mesure, de connaître exactement la surface dissoute. La principale erreur vient du ménisque et du champ de courant à la surface de l'électrolyte.

## 9 Expression des résultats

L'épaisseur du revêtement,  $d$ , en micromètres, est donnée par l'équation

$$d = 100k \frac{QE}{A\rho}$$

où

$k$  est le rendement du processus de dissolution (égal à 100 en cas de rendement à 100 %);

$E$  est l'équivalent électrochimique, en grammes par coulomb, du métal de revêtement dans les conditions de l'essai;

$A$  est l'aire de la surface, en centimètres carrés, où le revêtement est dissous, c'est-à-dire l'aire de mesure;

$\rho$  est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du revêtement;

$Q$  est la quantité d'électricité, en coulombs, consommée pour dissoudre le revêtement; sans intégrateur incorporé, calculer  $Q$  à l'aide de l'équation

$$Q = It$$

$I$  étant le courant électrique, en ampères,

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

L'épaisseur peut aussi s'exprimer sous la forme

$$XQ$$

où  $X$  est une constante correspondant à un revêtement, un électrolyte et une cellule donnés. La valeur de  $X$  peut, soit être calculée en théorie à partir de la surface d'échantillon exposée à l'intérieur du joint, du rendement de la dissolution anodique (généralement 100 %) ainsi que de l'équivalent électrochimique et de la masse volumique du métal de revêtement, soit être déterminée expérimentalement par mesure d'un revêtement d'épaisseur connue.

Sur la plupart des appareils du commerce, l'épaisseur est soit lue directement sur le cadran, soit convertie de l'indication relevée à l'aide d'un facteur approprié tenant compte de l'aire de mesure exposée dans la cellule et du métal de revêtement particulier.

ISO 2177:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c540adc1-c20b-4ca8-bac1-2c4925342fa1/iso-2177-1985>

## 10 Incertitude de mesure

L'appareillage d'essai et le mode opératoire doivent permettre de mesurer l'épaisseur de revêtement avec une incertitude maximale de 10 % par rapport à la valeur vraie.

## 11 Procès-verbal d'essai

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

- référence à la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon d'essai;
- aire, en centimètres carrés, de la surface sur laquelle sont effectués les mesurages;
- emplacement de l'aire de référence;
- emplacement(s) où sont effectués les essais sur l'article revêtu;
- type d'électrolyte utilisé;
- épaisseur mesurée en micromètres à chaque emplacement de mesure; nombre de mesurages inclus dans la moyenne donnée comme résultat de mesure;
- nom de l'opérateur et du laboratoire d'essais;
- date;
- écarts par rapport à la méthode spécifiée;
- facteurs susceptibles d'avoir influé sur le résultat;
- identification de l'appareil utilisé.

## Annexe A

### Types d'appareils

(Cette annexe, donnée uniquement à titre d'information, ne fait pas partie intégrante de la norme.)

#### A.1 Généralités

L'appareil peut fonctionner suivant l'un des deux principes suivants :

- mesure du temps de dissolution anodique à courant constant dans la cellule ;
- mesure de la quantité d'électricité consommée durant l'essai, avec intégration courant/temps.

Dans l'hypothèse a), le courant passant 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. Dans l'hypothèse b), un intégrateur peut être utilisé pour mesurer la quantité d'électricité, et dans ce cas, une connaissance précise de la valeur du courant et un mesurage séparé de l'intervalle de temps ne sont pas nécessaires.

Les résultats peuvent être exprimés en unités de temps, en produit de la quantité de courant par le temps (quantité d'électricité), ou plus fréquemment avec les appareils de modèle récent, directement en épaisseurs.

Le point final peut être déterminé par observation de la brusque variation de la tension dans la cellule sur un voltmètre convenable, ou à l'aide d'un interrupteur utilisé pour terminer automatiquement l'essai. Dans ce dernier cas, l'interrupteur est réglé pour fonctionner à une certaine valeur, déterminée à l'avance<sup>1)</sup>, de la tension dans la cellule ou de la vitesse d'accroissement de cette tension.

Parmi les autres éléments, non obligatoires, mais intéressants de l'appareil coulométrique, on peut citer l'affichage numérique des résultats, un chronomètre et un interrupteur électroniques permettant une plus grande précision dans la détermination du point final et la possibilité de montage de cellules d'électrolyse de tailles différentes ou donnant des densités de courant différentes. Le joint d'étanchéité de la cellule doit pouvoir être changé rapidement.

Beaucoup d'appareils modernes permettent des mesures directes d'épaisseurs et un réglage automatique initial de l'interrupteur au début de chaque essai pour terminer celui-ci au moment correct.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c540adc1-c20b-4ca8-bac1-2e4f3f5342fa/iso-2177-1985>

#### A.2 Cellule d'électrolyse

La cellule d'électrolyse se compose d'une cuve généralement cylindrique et d'un joint élastique non conducteur, par exemple en caoutchouc ou en plastique, qu'on applique sur l'article à contrôler. Si la cellule est en métal, par exemple en acier inoxydable, elle peut elle-même servir de cathode, auquel cas le joint joue également un rôle d'isolant entre la cathode et l'anode.

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

La superficie de l'aire circonscrite par le joint doit être bien définie et suffisamment petite pour pouvoir s'adapter sur une surface courbe. Des cellules plus petites peuvent être utilisées pour mesurer l'épaisseur de revêtement sur des surfaces compliquées, mais cela pose des problèmes quant à la définition et à la mesure de l'aire du joint. Quelle que soit la cellule, la précision de la méthode dépend largement de la précision de mesure de la surface où s'effectue l'essai. Des erreurs peuvent surgir lorsque le joint définissant l'aire de mesure est appliqué sur une surface courbe, et également en raison d'une usure ou d'une déformation de l'extrémité du joint. Ce défaut peut être repéré visuellement par examen de la périphérie du cercle de revêtement mis à nu.

Lorsque la surface est relativement plane, l'aire normale de dissolution est de 0,2 cm<sup>2</sup>, mais des surfaces courbes peuvent être mesurées avec des cellules de tailles différentes selon le diamètre des zones dissoutes, comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2 — Tailles des cellules pour le mesurage sur des surfaces courbes

Diamètre de la zone dissoute	Aire de la zone dissoute	Diamètre minimal des surfaces courbes
cm	cm <sup>2</sup>	cm
0,32	0,080	3,0
0,22	0,038	1,0
0,15	0,018	0,4

1) Avec les revêtements déposés par immersion à chaud ou ceux qui forment une couche de diffusion entre le revêtement et le métal de base, cette valeur déterminée à l'avance peut être celle où l'élimination du revêtement principal laisse à nu la couche de diffusion ou bien celle où l'élimination de la couche de diffusion laisse complètement à nu le métal de base.

## Annexe B

## Électrolytes types

(Cette annexe, donnée uniquement à titre d'information, ne fait pas partie intégrante de la norme.)

## B.0 Introduction

Bien qu'il soit possible d'utiliser de fortes densités de courant avec certains électrolytes du commerce (et éventuellement avec certains de ceux qui sont mentionnés dans la présente annexe), les électrolytes qui suivent (B.1 à B.6) ont été formulés de manière à donner approximativement un rendement anodique de 100 % avec des densités de courant allant de 100 à 400 mA/cm<sup>2</sup>. Certains électrolytes semblent toutefois ne convenir que dans le haut ou dans le bas de la gamme de densités de courant indiquée; ils sont marqués d'un astérisque.

Le rendement de dissolution anodique de ces électrolytes est à peu près de 100 %. On peut donc calculer de façon assez précise l'épaisseur, en micromètres, à l'aide de la formule

$$10\,000 \frac{QE}{A\rho}$$

ou à partir de facteurs instrumentaux calculés d'après cette formule. (Voir chapitre 9 pour la définition des symboles.) Il n'est pas nécessaire d'utiliser des étalons avec ces électrolytes. Le calcul direct, à partir de la formule précédente, donnera normalement des résultats plus précis que ceux que donne l'étalonnage des appareils coulométriques avec des revêtements étalons<sup>1)</sup>.

Les solutions indiquées dans les chapitres B.1 à B.4 doivent de préférence être faites à partir de réactifs de qualité analytique et d'eau distillée ou déminéralisée. De petites variations de concentration n'affectent pas la précision des résultats mais peuvent affecter les réglages de tension si l'on utilise un dispositif automatique d'interruption réglé sur une tension déterminée à l'avance. Tous les électrolytes, sauf B.9, ont des durées de conservation dépassant 6 mois.

On doit suivre l'avis ou les instructions du constructeur de l'appareil quant à l'emploi de tel ou tel électrolyte dans son appareil ou à la nécessité d'employer un électrolyte de marque donnée pour une combinaison particulière de revêtement et de métal de base. Un résumé de l'aptitude à l'emploi des électrolytes décrits dans les chapitres B.1 à B.16 est donné dans le tableau 3.

## B.1 Électrolyte pour dépôts de cadmium sur de l'acier, du cuivre ou du laiton

Préparer une solution contenant, par litre, 30 g de chlorure de potassium (KCl) et 30 g de chlorure d'ammonium (NH<sub>4</sub>Cl).

Cet électrolyte requiert un préréglage soigneux de la tension.

Tableau 3 — Aptitude à l'emploi des électrolytes

Revêtement	Matériau de base					
	Acier	Aluminium	Cuivre et alliages de cuivre (comme le laiton)	Nickel	Zinc	Non métallique
Alliages étain-nickel	B.15	—	B.16	—	—	B.15 et B.16
Argent	—	—	B.11	B.11	—	B.11
Cadmium	B.1	—	B.1	—	—	B.1
Chrome	B.2	B.2 et B.4	B.3	B.2 et B.4	—	B.2 et B.4
Cuivre	B.5	B.5 et B.6	—	B.6	B.7	B.5, B.6 et B.7
Étain	B.12	B.13	B.12	B.12	—	B.12 et B.13
Nickel	B.9	B.9	B.10	—	—	B.9 et B.10
Plomb	B.8	—	B.8	B.8	—	B.8
Zinc	B.14	—	B.14	—	—	B.14

1) Le calcul direct et l'emploi d'étalons ont tous les deux leurs erreurs propres dont il faut tenir compte; une erreur sur le diamètre de la cellule de 3 % donnera par exemple une erreur de mesure de 9 %.



**B.2 \*Électrolyte pour dépôts de chrome sur de l'acier, du nickel ou de l'aluminium**

Diluer 95 ml de solution d'acide orthophosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ),  $\rho = 1,75 \text{ g/ml}$ , à 1 000 ml avec de l'eau et ajouter 25 g d'oxyde de chrome(VI) ( $\text{CrO}_3$ ).

**AVERTISSEMENT** — L'acide orthophosphorique provoque des brûlures. Éviter tout contact avec la peau et les yeux.

L'oxyde de chrome(VI) peut s'enflammer au contact de matériaux combustibles et provoquer de graves brûlures. Éviter d'en inhaler les poussières et éviter tout contact avec la peau et les yeux.

Cette solution n'est utilisable qu'à une densité de courant d'environ  $100 \text{ mA/cm}^2$  et pour des revêtements d'épaisseur inférieure ou égale à  $5 \mu\text{m}$  dont la précision de mesure est probablement  $\pm 10 \%$ .

NOTE — La dissolution anodique du chrome dans cet électrolyte et dans les électrolytes B.3 et B.4, produit du chrome hexavalent Cr(VI) et l'équivalent électrochimique de Cr(VI) doit être utilisé pour calculer l'épaisseur.

**B.3 \*Électrolyte pour dépôt de chrome sur du cuivre ou du laiton**

Préparer une solution contenant 100 g de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) par litre.

Cette solution n'est utilisable qu'à une densité de courant d'environ  $100 \text{ mA/cm}^2$  et pour des revêtements d'épaisseur inférieure ou égale à  $5 \mu\text{m}$ .

**B.4 \*Électrolyte pour dépôts de chrome sur du nickel ou de l'aluminium**

Diluer 64 ml de solution d'acide orthophosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ),  $\rho = 1,75 \text{ g/ml}$ , à 1 000 ml avec de l'eau.

**AVERTISSEMENT** — Voir chapitre B.2.

Cet électrolyte est le plus efficace à une densité de courant d'environ  $100 \text{ mA/cm}^2$  et est donc très utile pour les dépôts de chrome minces ou décoratifs. (Voir aussi la note relative au chapitre B.2.)

**B.5 Électrolyte pour dépôts de cuivre sur de l'acier ou de l'aluminium**

Dissoudre dans l'eau 800 g de nitrate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ), diluer à 1 000 ml et ajouter 10 ml de solution d'ammoniac ( $\text{NH}_3$ ),  $\rho = 0,88 \text{ g/ml}$ .

**AVERTISSEMENT** — Le nitrate d'ammonium peut s'enflammer au contact de matériaux combustibles. On évitera donc tout contact.

La solution d'ammoniac brûle et irrite les yeux, le système respiratoire et la peau. Éviter d'en inhaler les vapeurs et éviter tout contact avec la peau et les yeux.

Cet électrolyte donne des valeurs d'épaisseur inférieures de 1 % à 2 % à la valeur correcte.

**B.6 Électrolyte pour dépôts de cuivre sur du nickel ou de l'aluminium**

Dissoudre dans l'eau 100 g de sulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ), diluer à 1 000 ml et ajouter 20 ml de solution d'acide orthophosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ),  $\rho = 1,75 \text{ g/ml}$ .

**AVERTISSEMENT** — Voir chapitre B.2.

**B.7 Électrolyte pour dépôts de cuivre sur du zinc ou des alliages de zinc coulés sous pression**

Utiliser de l'acide hexafluorosilicique pur ( $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ) de concentration supérieure à environ 30 % (m/m).

**AVERTISSEMENT** — L'acide hexafluorosilicique provoque des brûlures et est toxique par inhalation, contact ou ingestion. Éviter d'en inhaler les vapeurs et éviter tout contact avec la peau et les yeux.