

---

---

**Revêtements métalliques et autres  
revêtements inorganiques —  
Mesurage de la masse surfacique —  
Présentation des méthodes d'analyse  
gravimétrique et chimique**

*Metallic and other inorganic coatings — Measurement of mass per  
unit area — Review of gravimetric and chemical analysis methods*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 10111:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019>



## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 10111:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Équipement spécial</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Préparation des éprouvettes</b> .....	<b>2</b>
6.1    Taille.....	2
6.2    Forme.....	2
6.3    État des rives.....	2
6.4    Traitement thermique.....	2
<b>7</b> <b>Mesurage de la surface revêtue</b> .....	<b>3</b>
7.1    Méthode de mesure.....	3
7.2    Appareillage de mesure de la surface.....	3
7.2.1    Surface géométrique (projetée).....	3
7.2.2    Augmentation de la surface due à la rugosité (facultatif).....	3
7.3    Nombre de mesurages.....	3
<b>8</b> <b>Détermination de la masse de revêtement par analyse chimique</b> .....	<b>4</b>
8.1    Généralités.....	4
8.2    Restrictions.....	4
<b>9</b> <b>Détermination gravimétrique de la masse de revêtement</b> .....	<b>4</b>
9.1    Dimensions de l'éprouvette.....	4
9.2    Limites.....	4
9.3    Restrictions.....	4
9.4    Appareillage pour analyse gravimétrique.....	5
9.5    Mode opératoire.....	5
9.5.1    Généralités.....	5
9.5.2    Pesée différentielle avec mise en solution du revêtement.....	5
9.5.3    Pesée directe avec mise en solution du substrat.....	5
9.5.4    Pesée différentielle sans mise en solution.....	6
<b>10</b> <b>Calculs</b> .....	<b>6</b>
10.1   Masse surfacique.....	6
10.2   Épaisseur.....	6
<b>Annexe A (informative) Réactifs pour mise en solution sélective des couches métalliques</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>11</b>

## 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](http://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](http://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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10111:2000) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les modifications suivantes ont été apportées:

- a) une méthode gravimétrique a été ajoutée pour la pesée du métal de base nu et de l'échantillon fini;
- b) on a considéré que l'augmentation de la surface due à la rugosité de surface conduisait à une estimation plus réaliste de l'épaisseur du revêtement liée à la géométrie locale (facultatif);
- c) l'[Annexe A](#), qui indique les réactifs pour les solutions d'attaque ou de décapage, est devenue informative puisque d'autres solutions peuvent être appliquées;
- d) certains réactifs dans l'[Annexe A](#), qui faisaient référence à des normes qui n'existent plus ou contenant des produits chimiques dangereux, ont été supprimés;
- e) les références bibliographiques obsolètes et non citées ont été supprimées.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

# Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Mesurage de la masse surfacique — Présentation des méthodes d'analyse gravimétrique et chimique

**AVERTISSEMENT** — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Il n'est pas censé aborder tous les problèmes de sécurité ou environnementaux liés à sa mise en œuvre. Il est de la responsabilité de ceux qui utilisent le présent document de prendre les mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel ainsi que la protection environnementale avant de l'appliquer.

## 1 Domaine d'application

Le présent document donne des recommandations relatives aux méthodes générales d'analyse gravimétrique ou chimique de diverses sortes ayant atteint un degré de normalisation à l'échelon national ou international, utilisées pour la détermination de la masse surfacique moyenne de revêtements obtenus par dépôt électrolytique, dépôt par immersion, dépôt autocatalytique, matoplastie, déposition en phase gazeuse par procédé chimique ou physique, anodisation ou conversion chimique.

Il décrit un certain nombre de ces procédés de détermination de la masse surfacique, parmi lesquels:

- des méthodes gravimétriques pour la mise en solution chimique ou électrochimique du dépôt ou du métal de base permettant la détermination de la masse surfacique du dépôt;
- des méthodes gravimétriques pour la pesée du métal de base nu et de l'éprouvette revêtue (finie) permettant la détermination de la masse surfacique du dépôt;
- des méthodes analytiques qui utilisent la mise en solution du dépôt en vue d'une détermination de la masse surfacique du dépôt par des méthodes instrumentales d'analyse chimique.

Sauf pour la méthode gravimétrique telle que décrite dans l'ISO 3892, le présent document n'indique pas les incertitudes de mesurage liées aux méthodes citées.

## 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).

ISO 2080, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Traitement de surface, revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Vocabulaire*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 2080 s'appliquent.

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 Principe

La masse de revêtement déposée sur une surface mesurée est déterminée par:

- a) pesée d'une éprouvette avant et après mise en solution du revêtement dans un réactif ou un électrolyte qui n'attaque pas le métal de base, ou
- b) pesée du revêtement après mise en solution du métal de base dans un réactif qui n'attaque pas le revêtement, ou
- c) mise en solution du revêtement et du métal de base, ou du revêtement seul, et analyse quantitative de la solution résultante, ou
- d) pesée d'une éprouvette avant et après le procédé de revêtement, à condition que la masse du métal de base perdu au cours de ces étapes de prétraitement, après lesquelles une pesée altérerait les étapes de dépôt du revêtement, soit négligeable par rapport à la masse du revêtement.

La masse surfacique du revêtement est calculée à partir des valeurs mesurées de masse et de surface. Son épaisseur est déterminée à partir de la masse, de la surface et de la masse volumique du matériau de revêtement.

## 5 Équipement spécial

Certaines méthodes spécifiques mentionnées dans le [Tableau A.1](#) requièrent certains appareillages spécialisés d'analyse chimique ou électrochimique (voir [Articles 8](#) et [9](#)).

## 6 Préparation des éprouvettes

ISO 10111:2019  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019>

### 6.1 Taille

Il convient que l'éprouvette soit assez grande pour donner un mesurage précis de la surface et de la masse (voir [Articles 8](#) et [9](#)).

### 6.2 Forme

Il convient que la forme de l'éprouvette facilite le mesurage de la surface. Il est d'ordinaire approprié de choisir une éprouvette rectangulaire ou circulaire.

### 6.3 État des rives

Si la surface à mesurer est petite et doit être connue avec précision, il se peut que l'on doive dresser les rives pour éliminer les souillures, les barbes et obtenir des rives bien définies et (pour les éprouvettes rectangulaires) droites. Il convient que cet aspect soit envisagé pour les surfaces de moins de 100 mm<sup>2</sup>.

Pour dresser les rives d'une éprouvette rectangulaire, on peut serrer l'éprouvette entre deux cales plastiques ou métalliques, la rive de l'éprouvette affleurant au bord des cales, et effectuer la rectification et le polissage sous contrôle métallographique.

### 6.4 Traitement thermique

Si c'est le substrat qui doit être éliminé et le métal de base conservé intact, il peut être souhaitable de procéder immédiatement au traitement thermique pour empêcher le revêtement de vriller ou de se désintégrer. Certains dépôts d'or de 1,5 mg/cm<sup>2</sup> (< 0,9 µm) se désintègrent si leur substrat est mis en solution, à moins qu'on ne leur fasse subir un traitement thermique de 3 h à 120 °C. Quand on souhaite

déterminer l'épaisseur du revêtement (au lieu de sa masse surfacique), il convient de ne pas procéder à un traitement thermique susceptible de modifier la masse volumique du matériau de revêtement.

## 7 Mesurage de la surface revêtue

### 7.1 Méthode de mesure

Il convient que la précision de mesure de la surface soit supérieure à la précision souhaitée pour la masse surfacique, la méthode de mesure de la surface dépend donc de la précision souhaitée et de la taille de l'éprouvette.

### 7.2 Appareillage de mesure de la surface

#### 7.2.1 Surface géométrique (projetée)

La surface peut être mesurée avec un planimètre mais il est plus usuel de recourir à des mesurages linéaires, souvent à l'aide d'un micromètre ou d'un pied à coulisse à vernier. Pour les grandes surfaces, une règle peut suffire.

Il convient d'utiliser un microscope lorsque la précision doit être maximale.

Il peut être difficile de mesurer directement la surface des pièces filetées avec une précision suffisante. En ce cas, il convient de déterminer la surface à partir de dessins ou de tables publiées.

#### 7.2.2 Augmentation de la surface due à la rugosité (facultatif)

La rugosité de surface conduit à une augmentation de la véritable surface par rapport à la surface géométrique (projetée) telle que déterminée par les méthodes décrites en 7.2.1.

L'augmentation relative de la surface (ARS) peut être déterminée (au moins pour une petite fraction de la surface totale) par microscopie à force atomique (MFA), microscopie confocale ou microscopie interférentielle associée à un logiciel approprié.

Ajouter l'ARS à la surface géométrique (projetée) pour estimer la véritable surface. Calculer la véritable masse surfacique du revêtement ou la véritable épaisseur du revêtement à l'aide de cette véritable surface afin d'obtenir une meilleure concordance avec les mesures de l'épaisseur du revêtement selon sa géométrie en section transversale.

Il convient de déterminer l'ARS sur le métal de base nu avant application d'un quelconque revêtement puisque certains revêtements tendent à atténuer la rugosité de surface, mais de préférence après les étapes de pré-traitement, qui augmentent la rugosité de surface, par exemple pour l'amélioration de l'accrochage.

### 7.3 Nombre de mesurages

Les éprouvettes circulaires ou rectangulaires n'étant jamais parfaitement circulaires ou rectangulaires, il convient de mesurer chaque dimension en trois endroits. Pour un rectangle, il convient de mesurer la longueur de chaque rive, puis la longueur et la largeur dans l'axe de l'éprouvette et calculer la moyenne des valeurs obtenues pour chaque dimension.

NOTE Pour un cylindre il est normal de mesurer la longueur et le diamètre. Dans des spécifications sur le fil de fer métallique (pour clôture), qui a été galvanisé ou revêtu au moyen d'autres procédés, on ne mesure toutefois pas la longueur du fil-éprouvette mais on la calcule à partir de la masse (qui est mesurée dans tous les cas), du rayon et de la masse volumique du substrat en acier, comme suit:

$$l = \frac{m}{\pi r^2 \rho_s}$$

où

$l$  est la longueur;

$m$  est la masse;

$r$  est le rayon;

$\rho_s$  est la masse volumique du substrat.

## 8 Détermination de la masse de revêtement par analyse chimique

### 8.1 Généralités

La méthode d'analyse chimique est très générale. On met en solution le revêtement et le métal de base ou le revêtement seul dans un réactif convenable (voir [Annexe A](#) pour des exemples) et on dose le matériau de revêtement dans la solution obtenue. Plusieurs méthodes analytiques peuvent être suivies pour chaque combinaison de revêtement et de substrat, par exemple des méthodes photométriques ou gravimétriques, une spectroscopie d'absorption atomique ou un plasma à couplage inductif associé à une spectrométrie d'émission optique ou de masse.

### 8.2 Restrictions

La méthode d'analyse chimique n'est pas utilisable si l'on ne peut pas séparer complètement le revêtement du métal de base par des moyens chimiques, ou si un constituant commun aux deux n'est pas facilement séparable (par exemple, laiton blanc revêtu de laiton jaune).

## 9 Détermination gravimétrique de la masse de revêtement

ISO 10111:2019  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019>

### 9.1 Dimensions de l'éprouvette

Puisqu'il convient que l'incertitude du mesurage de la masse soit inférieure à l'incertitude souhaitée du mesurage de la masse surfacique, il convient donc que l'éprouvette soit assez grande pour que l'on puisse peser le revêtement avec la précision souhaitée (voir [9.2](#)).

### 9.2 Limites

En principe, les méthodes par gravimétrie peuvent être utilisées pour mesurer des revêtements soit très minces, soit déposés sur de petites surfaces, mais pas les deux en même temps. Les limites dépendent de la précision requise, par exemple une masse surfacique de 2,5 mg/cm<sup>2</sup> peut-elle se mesurer sur 1 cm<sup>2</sup>, mais pour mesurer 0,1 mg/cm<sup>2</sup>, il faut une surface de 25 cm<sup>2</sup> et une masse de revêtement de 2,5 mg.

La méthode par gravimétrie ne détecte pas la présence de zones nues ni d'emplacements dont l'épaisseur est inférieure au minimum spécifié dans les aires de mesurage. De plus, la valeur obtenue à partir de chaque zone de mesurage correspond à l'épaisseur moyenne de cette zone.

L'incertitude du mesurage effectué au moyen de la méthode gravimétrique est normalement inférieure à 5 % sur une large plage d'épaisseurs différentes (voir ISO 3892).

### 9.3 Restrictions

Les méthodes gravimétriques peuvent s'appliquer à de nombreuses combinaisons de revêtement et de substrat. Sauf pour la méthode décrite en [9.5.4](#), elles ne sont pas utilisables si l'on ne peut pas séparer complètement le revêtement du métal de base par des moyens chimiques ou physiques.

## 9.4 Appareillage pour analyse gravimétrique

Une balance est nécessaire pour l'analyse gravimétrique, mais sa sensibilité dépend des dimensions de l'éprouvette, de l'épaisseur du revêtement (ou de sa masse) et de la précision de mesure requise. Pour permettre de contrôler le poids des éprouvettes avant et après la dissolution des revêtements ou avant et après le procédé de revêtement, respectivement, il convient que la précision de la balance analytique soit de 0,1 mg.

Pour la mise en solution anodique et cathodique, il est nécessaire de disposer d'une source de courant continu (constant).

## 9.5 Mode opératoire

### 9.5.1 Généralités

La masse du revêtement peut être déterminée

- a) par pesée de l'éprouvette avant et après mise en solution du revêtement (voir [Annexe A](#) pour des exemples de réactifs) et détermination de la différence (voir [9.5.2](#)), ou
- b) par mise en solution du substrat (voir [Annexe A](#) pour des exemples de réactifs) et pesée directe (voir [9.5.3](#)) du revêtement, ou
- c) par pesée de l'éprouvette avant et après dépôt du revêtement et détermination de la différence (voir [9.5.4](#)).

Il convient que l'utilisation d'une méthode gravimétrique pour la première fois donne lieu à une évaluation selon [9.5.2.2](#) et [9.5.3.2](#).

### 9.5.2 Pesée différentielle avec mise en solution du revêtement

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd4f494c-8527-4302-bc5f-887d72e97459/iso-10111-2019>

**9.5.2.1** Nettoyer d'abord l'éprouvette pour la débarrasser de toute substance étrangère, puis la rincer à l'alcool (méthanol, éthanol, isopropanol) ou un autre solvant approprié, la sécher dans un courant d'air propre et la peser. Immerger l'éprouvette dans le réactif approprié (voir [Annexe A](#) pour des exemples) pour mettre en solution le revêtement par une action chimique ou électrochimique, la rincer à l'eau, puis à l'alcool, la sécher dans un courant d'air propre et la peser à nouveau. La masse perdue correspond à la masse du revêtement.

**9.5.2.2** Pour déterminer si le substrat a bien été mis en solution, répéter l'opération sur la surface décapée en vérifiant que la durée d'immersion du matériau de base dans le réactif est identique. Toute perte de masse est le signe d'une erreur possible consécutive à une certaine mise en solution du revêtement pendant l'attaque.

### 9.5.3 Pesée directe avec mise en solution du substrat

**9.5.3.1** Mettre le substrat en solution dans un réactif approprié (voir [Annexe A](#) pour des exemples). Rincer le revêtement à l'eau, puis à l'alcool (méthanol, éthanol, isopropanol) ou un solvant approprié, le sécher dans un courant d'air sec et le peser.

**9.5.3.2** Pour déterminer si le revêtement a bien été mis en solution, soumettre le revêtement isolé au même processus d'attaque en vérifiant qu'il reste exactement le même temps dans le réactif. Toute perte de masse est le signe d'une erreur possible consécutive à une certaine mise en solution du revêtement pendant l'attaque.