
**Revêtements métalliques — Méthodes
d'essai des dépôts électrolytiques d'or
et d'alliages d'or —**

**Partie 3:
Détermination électrographique de la
porosité**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
Metallic coatings — Test methods for electrodeposited gold and gold alloy coatings —

Part 3: Electrographic tests for porosity

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4524-3:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Essai au papier imprégné de nioxime	1
4.1 Applicabilité	1
4.2 Matériaux	1
4.2.1 Généralités	1
4.2.2 Papier au nioxime	1
4.2.3 Papier buvard humidifié	2
4.3 Mode opératoire	2
5 Essai 1 au papier colorant	2
5.1 Applicabilité	2
5.2 Matériaux	2
5.2.1 Généralités	2
5.2.2 Papier colorant	2
5.3 Mode opératoire	2
6 Essai 2 au papier colorant	3
7 Essai électrographique à la pellicule de gélatine	3
7.1 Principe	3
7.2 Réactifs	3
7.2.1 Gélatine	4
7.2.2 Solution d'électrolyte	4
7.2.3 Solution d'indicateur au diméthylglyoxime	4
7.3 Solution pour essai	4
7.4 Appareillage	4
7.5 Mode opératoire	4
7.5.1 Électrolyse	4
7.5.2 Séchage	5
7.5.3 Évaluation	5
7.6 Expression des résultats	5
8 Rapport d'essai	5

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).

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/patents).

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.

(standards.iteh.ai)

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 3, *Dépôts électrolytiques et finitions apparentées*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 262, *Revêtements métalliques et inorganiques, incluant ceux pour la protection contre la corrosion et les essais de corrosion des métaux et alliages*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4524-3:1985), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Le principal changement par rapport à l'édition précédente est qu'en raison des fortes restrictions actuellement imposées sur l'emploi du cadmium, l'essai au papier imprégné de sulfure de cadmium a été supprimé dans le présent document.

Une liste des différentes parties de la série de normes ISO 4524 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

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.

Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or —

Partie 3: Détermination électrographique de la porosité

1 Domaine d'application

Le présent document décrit quatre essais électrographiques pour déterminer la porosité des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or pour utilisation dans l'industrie, la décoration et la protection.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et la CEI 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 <https://www.electropedia.org/>

4 Essai au papier imprégné de nioxime

4.1 Applicabilité

Cette méthode convient à l'analyse des dépôts d'or sur des sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel.

4.2 Matériaux

4.2.1 Généralités

N'utiliser pour cet essai que des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.2.2 Papier au nioxime

Faire tremper durant 10 min un papier filtre ou duplicateur dans une solution aqueuse de nioxime (cyclohexane-1,2-dione dioxime) à 8 g/l.

Éliminer l'excès de solution avec un buvard, puis suspendre le papier pour le laisser sécher.

4.2.3 Papier buvard humidifié

Imbiber un papier buvard blanc de bonne qualité dans de l'eau, puis le sécher jusqu'à un degré produisant des électrogrammes clairement définis.

4.3 Mode opératoire

Brosser légèrement le dépôt électrolytique pour enlever les poussières et débris, puis le dégraisser à la vapeur de trichloro-1,1,1 éthane ou dans un autre solvant approprié.

Imbiber d'eau un morceau de papier au nioxime (4.2.2). Enlever l'excès d'eau avec du papier buvard. Placer le papier au nioxime traité sur l'échantillon revêtu (qui joue le rôle d'anode). Placer, sur l'autre face du papier au nioxime, un morceau de papier buvard imbibé d'eau (4.2.3), puis une plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable propre et de grande pureté (qui joue le rôle de cathode). Serrer le tout de manière à avoir une pression uniforme comprise entre 1,4 MPa et 1,7 MPa entre le papier au nioxime et l'échantillon. Pendant la compression, faire circuler pendant 30 s un courant continu sans ondulations issu d'une source ne dépassant pas 12 V de tension. Fixer la densité initiale de courant à 7,5 mA/cm² de surface de l'anode.

Exposer aux vapeurs d'ammoniaque l'électrogramme produit sur le papier imprégné de nioxime et laisser sécher. La présence de défauts éventuels sur le revêtement est révélée par des taches roses correspondantes sur le papier. Pour les revêtements déposés sur support de cuivre, les défauts dans les sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel sont révélés par des taches vertes.

5 Essai 1 au papier colorant iTech STANDARD PREVIEW (standards.itech.ai)

5.1 Applicabilité

Cette méthode convient à l'analyse des dépôts d'or sur du cuivre.

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021>

5.2 Matériaux

5.2.1 Généralités

Pour cet essai, sauf mention contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

5.2.2 Papier colorant

Imbiber pendant 30 min un morceau de papier colorant dans une solution préparée extemporanément contenant 0,01 mol/l de chlorure de sodium (NaCl) et 0,01 mol/l de carbonate de sodium (Na₂CO₃), obtenue en dissolvant 0,58 g de chlorure de sodium et 1,06 g de carbonate de sodium dans 1 l d'eau. Enlever l'excès de solution avec un papier buvard.

NOTE Le papier colorant peut être obtenu auprès de certains fournisseurs de matériels photographiques.

5.3 Mode opératoire

Brosser légèrement le dépôt électrolytique pour enlever poussières et débris, puis le dégraisser à la vapeur de trichloro-1,1,1 éthane ou dans un autre solvant approprié.

Placer un morceau de papier colorant (5.2.2) côté émulsion sur l'échantillon revêtu (qui joue le rôle d'anode), puis une plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable propre et d'une grande pureté (qui joue le rôle de cathode). Serrer le tout de manière à avoir une pression uniforme et comprise entre 1,4 MPa et 1,7 MPa entre le papier colorant et l'échantillon. Pendant la compression, appliquer durant 30 s un courant continu de 4 V de tension. Enlever le papier colorant et le développer durant 30 s dans une solution éthanolique saturée de dithio-oxamide – obtenue par dissolution de 0,25 g de dithio-oxamide

dans 100 ml d'éthanol par chauffage doux; filtrer si nécessaire avant l'emploi lorsque la solution est froide.

Laver l'électrogramme ainsi obtenu dans de l'eau courante froide et laisser sécher. La présence de défauts éventuels sur le dépôt électrolytique est révélée par une tache foncée vert olive correspondante sur le papier.

Il est essentiel que les papiers d'essai utilisés soient rincés à l'eau chaude et soigneusement séchés en fin d'essai.

Il est conseillé d'employer des pinces pour plonger le papier dans la solution de dithio-oxamide qui peut tacher les doigts d'une couleur noire persistante.

NOTE Les essais décrits dans l'[Article 5](#) sont plus sensibles que celui décrit à l'[Article 4](#) et permettent donc une détection plus facile de la microporosité.

6 Essai 2 au papier colorant

Suivre le mode opératoire décrit dans l'[Article 5](#), mais en utilisant une solution révélatrice éthanolique de nioxime (cyclohexane-1,2-dione dioxime) à 0,5 % (fraction massique).

La présence de défauts éventuels sur le revêtement est révélée par des taches roses correspondantes sur le papier. Pour les revêtements déposés sur support de cuivre, les défauts dans les sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel sont révélés par des taches vertes.

Il est essentiel que les papiers d'essai utilisés soient rincés à l'eau chaude et soigneusement séchés en fin d'essai.

L'essai décrit à l'[Article 4](#) ne demande pas l'emploi d'un électrolyte et s'appuie sur les réactions ioniques entre le papier d'essai et le papier support produisant une conductivité. Dans certains cas, il peut s'avérer nécessaire de plonger les papiers d'essai dans une solution d'électrolyte convenable, par exemple, pour l'essai 1 au papier colorant (voir [Article 5](#)), une solution de nitrate de sodium, (NaNO_3) à 0,1 mol/l.

NOTE 1 L'essai 2 au papier colorant est une variante à l'essai décrit dans l'[Article 4](#).

NOTE 2 Les essais décrits dans l'[Article 6](#) sont plus sensibles que celui décrit à l'[Article 4](#) et permettent donc une détection plus facile de la microporosité.

7 Essai électrographique à la pellicule de gélatine

7.1 Principe

Détermination de la porosité de revêtements métalliques différents déposés sur des métaux de base différents ou sur des couches métalliques intermédiaires différentes à l'aide d'un procédé d'électrolyse, avec un électrolyte épaissi à la gélatine contenant un indicateur approprié, avec lequel les ions du métal de base forment des produits de réaction colorés.

La méthode peut être considérée comme une variante à l'électrographie qui utilise habituellement un papier trempé dans une solution d'essai spéciale. Comparée à l'électrographie, elle présente certains avantages: elle peut être utilisée également sur des surfaces courbes, et l'étalement des taches colorées au-dessus des pores est moindre.

7.2 Réactifs

Pour cet essai, sauf mention contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

7.2.1 Gélatine

Préparer une solution aqueuse de gélatine à 10 % (fraction massique) à 60 °C, en agitant avec soin de façon à ne pas laisser entrer d'air dans la solution.

Conserver la solution de gélatine au froid.

7.2.2 Solution d'électrolyte

Préparer cette solution en mélangeant 20 ml de solution d'ammoniaque ($\rho = 0,88$ g/ml) avec 80 ml d'eau.

7.2.3 Solution d'indicateur au diméthylglyoxime

Préparer une solution éthanolique saturée de diméthylglyoxime.

7.3 Solution pour essai

Mélanger, sous agitation, 35 ml de la solution d'électrolyte (7.2.2) et 20 ml de la solution d'indicateur (7.2.3) avec 950 g de la solution de gélatine (7.2.1) entre 27 °C et 30 °C, en prenant soin d'éviter un entraînement d'air. Verser le mélange dans le bac d'électrolyse et laisser refroidir jusqu'à la température de travail (22 °C à 23 °C).

NOTE Étant donnée la qualité variable de la gélatine, aucune température de travail précise ne peut être spécifiée. La température indiquée convient néanmoins pour l'essai si la tôle plongée dans la solution conserve, lorsqu'on l'en enlève, une pellicule de 1 mm d'épaisseur.

7.4 Appareillage

7.4.1 **Bain-marie**, équipé d'un thermostat pour contrôle indirect de la température de la solution d'essai.

7.4.2 **Agitateur**

7.4.3 **Bac intérieur**, pour électrolyse dans la solution d'essai.

Le bac doit être en verre ou en acier résistant aux acides. Les électrodes (cathodes) doivent être en gaze de platine ou en or et avoir au moins la même surface que la pièce à soumettre à l'essai (anode). Les cathodes doivent être placées à l'opposé l'une de l'autre dans le bac d'essai et isolées de celui-ci. L'anode doit être éloignée de chacune des cathodes d'environ 50 mm.

7.4.4 **Redresseur**.

7.5 Mode opératoire

7.5.1 Électrolyse

Immerger l'échantillon dans la solution pour essai (7.3) entre les électrodes. Avant l'immersion, masquer les parties de l'échantillon qui ne sont pas revêtues du métal à contrôler. En variante, il est possible d'immerger seulement les parties de l'échantillon qui sont revêtues du métal à contrôler.

Brancher l'échantillon comme anode. Effectuer l'électrolyse pendant 20 s à une densité de courant de 1,0 mA/cm².

7.5.2 Séchage

Lorsque l'échantillon a été retiré de l'électrolyte, laisser sécher la pellicule de gélatine à température ambiante durant environ 30 min ou, en accéléré, durant environ 15 min à température ambiante dans un courant d'air. Maintenir l'échantillon en position horizontale.

7.5.3 Évaluation

Examiner la surface pour détecter les pores. Les pores du revêtement apparaissent comme des taches colorées ayant souvent un point central plus marqué d'un diamètre de 0,2 mm.

La couleur des taches dépend de la nature du métal de base ou de la sous-couche ou des deux sous l'or ou l'alliage d'or: elles peuvent être rouges avec centre rouge foncé sur du nickel, ou vertes avec centre vert foncé sur le cuivre ou les alliages de cuivre.

NOTE Quand une sous-couche de nickel a été appliquée sur du cuivre ou un alliage de cuivre comme métal de base, des taches vertes avec un centre vert foncé indiquent que la porosité s'étend jusqu'au métal de base.

7.6 Expression des résultats

Exprimer la porosité sous la forme x pores/cm².

8 Rapport d'essai

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

- a) l'échantillon;
- b) une référence au présent document, avec son année de publication, c'est-à-dire: ISO 4524-3:2021;
- c) une identification précise de la méthode employée;
- d) les résultats des essais effectués, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- e) tout fait anormal noté au cours de la détermination;
- f) toutes les opérations non prévues dans le présent document;
- g) toute autre information demandée par le client;
- h) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4524-3:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68094e3a-f216-48ee-9f65-91103e49573f/iso-4524-3-2021>