

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
3613

ISO/TC 107

Secrétariat: KATS

Début de vote:
2021-02-11

Vote clos le:
2021-04-08

**Revêtements métalliques et autres
revêtements inorganiques — Couches
de conversion au chromate sur zinc,
cadmium et alliages d'aluminium-
zinc et de zinc-aluminium —
Méthodes d'essai**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Metallic and other inorganic coatings — Chromate conversion
coatings on zinc, cadmium, aluminium-zinc alloys and zinc-
aluminium alloys — Test methods*

ISO/FDIS 3613

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08647763-b3b1-451f-9177-96b841b03a06/iso-fdis-3613>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 3613:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 3613

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08647763-b3b1-451f9177-96b841b03a06/iso-fdis-3613>



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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Réactifs	2
4.1 Solution d'essai A (voir 6.2).....	2
4.2 Solution d'essai B (voir 6.3).....	2
4.3 Solution d'essai C (voir 6.5).....	2
4.3.1 Solution d'essai C 1.....	2
4.3.2 Solution d'essai C 2.....	2
4.4 Solution d'essai D (voir 6.6 et 6.7).....	3
4.5 Acide sulfurique, dilué à 1:3.....	3
4.6 Hydroxyde de sodium (NaOH), solution à 240 g/l.....	3
4.7 Nitrate d'argent (AgNO ₃), solution à 17 g/l.....	3
4.8 Dichromate de potassium (K ₂ Cr ₂ O ₇), solution étalon.....	3
4.9 Solution tampon de phosphate.....	3
5 Appareillage	3
6 Méthodes d'essai	4
6.1 Généralités.....	4
6.2 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur zinc.....	5
6.3 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur zinc et cadmium.....	5
6.4 Essai de détection d'une couche de chromate incolore sur des alliages de zinc-aluminium (fraction massique d'aluminium de 5 %).....	5
6.5 Essai de détection de chrome hexavalent dans les couches de chromate incolores et colorées.....	6
6.5.1 Généralités.....	6
6.5.2 Méthode d'essai utilisant la solution d'essai C 1.....	6
6.5.3 Méthode d'essai utilisant l'autre solution d'essai C 2 (essai destructif).....	6
6.5.4 Expression des résultats.....	7
6.5.5 Étalonnage du spectrophotomètre.....	7
6.6 Détermination de la teneur en chrome hexavalent des couches de chromate colorées.....	8
6.6.1 Préparation de la courbe d'étalonnage.....	8
6.6.2 Essai à blanc.....	8
6.6.3 Détermination.....	8
6.6.4 Expression des résultats.....	9
6.7 Détermination de la teneur totale en chrome des couches de chromate colorées.....	9
6.7.1 Préparation de la courbe d'étalonnage.....	9
6.7.2 Essai à blanc.....	9
6.7.3 Détermination.....	9
6.7.4 Expression des résultats.....	10
6.8 Détermination de la masse par unité de surface des couches de chromate, colorées et incolores, par gravimétrie.....	10
6.9 Essai d'adhérence par abrasion.....	10
6.10 Essai d'évaluation qualitative des couches de chromate sur zinc et cadmium.....	10
7 Rapport d'essai	10
Bibliographie	11

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 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir 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 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*, 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3613:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- révision du [Tableau 1](#) ;
- harmonisation de la méthode d'analyse décrite en [6.5](#) avec la méthode décrite dans l'IEC 62321-7-1 ;
- révision du mode opératoire de préparation de la solution d'essai C 2 indiqué en [4.3.2](#) et ajout d'une deuxième solution étalon ;
- modification des délais indiqués en [6.1](#) ;
- révision du mode opératoire d'essai utilisant la solution d'essai C 2 indiqué en [6.5.2](#) ;
- ajout d'une description de l'étalonnage du spectrophotomètre.

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.

Introduction

Le présent document spécifie des méthodes permettant de déterminer la présence, d'un point de vue qualitatif, de couches de conversion au chromate ainsi que leur teneur totale en chrome.

L'application de couches de conversion au chromate très minces, incolores, pratiquement invisibles, est fréquemment appelée « passivation », tandis que l'application de couches de conversion au chromate plus épaisses, colorées, est souvent appelée « chromatation ». Le terme « passivation » est incorrect, car non conforme à la désignation de l'ISO 2080, son emploi est donc déconseillé.

Les couches de conversion au chromate sont obtenues à partir d'une solution contenant du Cr(VI). Tant la solution de traitement que le revêtement contiennent du chrome hexavalent. Désormais, le terme « passivation » est fréquemment utilisé pour désigner les revêtements exempts de Cr(VI) qui remplacent les couches de conversion au chromate. Les produits contenant du Cr(VI) ne sont pas autorisés au sein de l'UE et les procédés impliquant cette substance sont rigoureusement réglementés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 3613](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08647763-b3b1-451f-9177-96b841b03a06/iso-fdis-3613)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08647763-b3b1-451f-9177-96b841b03a06/iso-fdis-3613>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 3613

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08647763-b3b1-451f9177-96b841b03a06/iso-fdis-3613>

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques — Couches de conversion au chromate sur zinc, cadmium et alliages d'aluminium-zinc et de zinc-aluminium — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — Le présent document nécessite l'utilisation de substances et/ou de modes opératoires pouvant s'avérer préjudiciables à la santé si des mesures de sécurité adéquates ne sont pas prises. Le présent document ne traite ni des dangers pour la santé ni des questions de sécurité ou d'environnement associées à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques appropriées acceptables en matière de santé, de sécurité et d'environnement et de prendre des mesures adéquates pour satisfaire aux réglementations nationales et internationales.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes permettant de déterminer :

- la présence de couches de conversion au chromate incolores ;
- la présence de chrome hexavalent dans les couches incolores ou colorées sur zinc, cadmium ou alliages d'aluminium-zinc (fraction massique d'aluminium de 55 %, dans une plage de 54 % à 56 %) et de zinc-aluminium (fraction massique d'aluminium de 5 %) ;
- la teneur totale en chrome par unité de surface sur zinc et cadmium ;
- la masse par unité de surface des couches incolores et colorées ;
- le degré d'adhérence des couches de conversion au chromate ;
- la qualité des couches de chromate.

Ces méthodes s'appliquent :

- aux couches de conversion au chromate incolores et colorées contenant du chrome trivalent et hexavalent en diverses proportions et produites par un procédé chimique ou électrochimique ;
- aux couches de chromate exemptes de tout revêtement supplémentaire tel que huile, polymère à base d'eau ou de solvant, ou cire.

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 3892, *Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse de revêtement par unité de surface — Méthodes gravimétriques*

ISO 4520, *Couches de conversion au chromate sur les dépôts électrolytiques de zinc et de cadmium*

IEC 60068-2-30, *Essais d'environnement — Partie 2-30 : Essais — Essai Db : Essai cyclique de chaleur humide (cycle de 12 h + 12 h)*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté équivalente, pour l'analyse.

4.1 Solution d'essai A (voir 6.2)

Dissoudre 1 g de diphénylcarbazine dans un bécher contenant un mélange de 20 ml d'acétone, 60 ml d'acide acétique glacial et 40 ml d'eau distillée. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$), agiter et ajouter lentement 30 ml d'une solution d'hypochlorite de sodium (10 % à 15 % de chlore disponible). Ajouter lentement 5 ml de peroxyde d'hydrogène (30 % en volume) en continuant à remuer. Avant d'utiliser la solution, la laisser reposer pendant 24 h dans le bécher ouvert sous hotte fermée afin de laisser s'échapper les vapeurs de chlore.

La solution ne se détériore pas avec le temps et peut être conservée dans un flacon muni d'un bouchon qui n'est pas nécessairement fermé hermétiquement. Cependant, des pertes par évaporation pouvant se produire et la concentration pouvant changer, la solution ne se conserve pas plus de six mois.

4.2 Solution d'essai B (voir 6.3)

Dissoudre 50 g d'acétate de plomb trihydraté $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ dans 1 l d'eau distillée ou eau de pureté équivalente. Veiller à ce que le pH de la solution ainsi préparée soit compris entre 5,5 et 6,8. Si le pH de la solution est hors des limites fixées, mettre la solution au rebut et se procurer une nouvelle quantité d'acétate de plomb.

Le précipité blanc éventuellement formé au cours de la préparation initiale de la solution peut être dissous à l'aide de quelques gouttes d'acide acétique glacial, sous réserve que le pH ne descende pas en dessous de 5,5. Mettre la solution mère au rebut si le précipité blanc ne disparaît pas.

4.3 Solution d'essai C (voir 6.5)

4.3.1 Solution d'essai C 1

Dissoudre 0,4 g de diphénylcarbazine dans un mélange de 20 ml d'acétone et de 20 ml d'éthanol (96 %). Après dissolution, ajouter 20 ml d'une solution d'acide orthophosphorique à 75 % et 20 ml d'eau distillée. Préparer cette solution moins de 8 h avant l'emploi.

4.3.2 Solution d'essai C 2

Ajouter 700 ml d'acide orthophosphorique (masse volumique de 1,7) à 250 ml d'eau distillée ou eau de pureté équivalente et compléter à 1 000 ml.

Dissoudre 0,5 g de 1,5-diphénylcarbazine de qualité analytique dans 50 ml d'acétone, également de qualité analytique. Tout en agitant, diluer lentement avec 50 ml d'eau distillée ou eau de pureté équivalente (un mélange rapide peut entraîner la précipitation de la diphénylcarbazine). Conserver la solution dans un flacon en verre sombre au réfrigérateur. La solution doit être mise au rebut au bout de quatre semaines, ou avant si elle perd sa coloration.

Pour la solution mère de chrome hexavalent, Cr(VI) : dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 0,113 g de $K_2Cr_2O_7$, réactif de qualité analytique (séché pendant 1 h à 100 °C avant utilisation), dans de l'eau distillée ou eau de pureté équivalente ; compléter au trait de jauge. La solution doit être mise au rebut au bout de neuf mois.

Utiliser cette solution mère pour préparer deux solutions étalons de chrome hexavalent.

Pour une teneur en chrome hexavalent de 0,10 µg/ml : transférer 2,5 ml de cette solution dans une deuxième fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait de jauge. 1 ml de cette solution étalon contient 0,10 µg de Cr(VI).

Pour une teneur en chrome hexavalent de 0,13 µg/ml : transférer 3,3 ml de cette solution dans une troisième fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait de jauge. 1 ml de cette solution étalon contient 0,13 µg de Cr(VI).

Préparation de la solution de comparaison correspondant à une teneur en chrome hexavalent, Cr(VI), de 0,10 µg/cm² : ajouter 1 ml d'acide orthophosphorique et 1 ml de solution de diphénylcarbazine à 50 ml de la solution étalon de Cr(VI) à 0,10 µg/ml ; mélanger vigoureusement. Ajouter ensuite 2 ml de solution de diphénylcarbazine et mélanger. Laisser reposer la solution pendant 10 min pour laisser s'achever la réaction colorée.

Préparation de la solution de comparaison correspondant à une teneur en chrome hexavalent, Cr(VI), de 0,13 µg/cm² : ajouter 1 ml d'acide orthophosphorique à 50 ml de la solution étalon de Cr(VI) à 0,13 µg/ml ; mélanger vigoureusement. Ajouter ensuite 2 ml de solution de diphénylcarbazine et mélanger. Laisser reposer la solution pendant 10 min pour laisser s'achever la réaction colorée.

iTeh STANDARD PREVIEW

4.4 Solution d'essai D (voir 6.6 et 6.7)

(standards.iteh.ai)

Dissoudre 0,50 g de diphénylcarbazine dans 50 ml d'acétone. Tout en agitant, diluer lentement avec 50 ml d'eau (un mélange rapide peut entraîner la précipitation de la diphénylcarbazine).

Pour une stabilité maximale, conserver la solution au réfrigérateur dans un flacon en verre coloré brun.

4.5 Acide sulfurique, dilué à 1:3

Ajouter lentement un volume d'acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$) à trois volumes d'eau.

4.6 Persulfate d'ammonium $[(NH_4)_2S_2O_8]$

4.6 Hydroxyde de sodium (NaOH), solution à 240 g/l

4.7 Nitrate d'argent ($AgNO_3$), solution à 17 g/l

4.8 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), solution étalon

Diluer 2 ml de solution titrée de dichromate de potassium (4,9 g/l) à 1 000 ml.

4.9 Solution tampon de phosphate

Dissoudre 55 g de dihydrogène-orthophosphate de sodium monohydraté ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$) dans 100 ml d'eau.

5 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

La verrerie doit être de classe A. Les pipettes doivent être étalonnées.

Nettoyer soigneusement toute la verrerie. Il est recommandé de nettoyer la verrerie en la faisant bouillir dans une solution de fraction massique en acide nitrique (HNO_3) de 30 %, et en la rinçant ensuite abondamment avec de l'eau distillée ou eau de pureté équivalente. Il convient de démontrer que son degré de propreté est satisfaisant par l'analyse de blancs de méthode.

5.1 Absorptiomètre photoélectrique (colorimètre), muni d'un filtre ayant une transmission moyenne de 520 nm. L'absorptiomètre doit être utilisé avec une cuve d'absorption de 10 mm de trajet optique.

5.2 Spectrophotomètre, réglé sur une longueur d'onde de 540 nm. Le spectrophotomètre doit être utilisé avec une cuve d'absorption de 10 mm de trajet optique.

5.3 Balance analytique, pouvant peser à 0,10 mg près.

6 Méthodes d'essai

6.1 Généralités

Avant d'effectuer les essais suivants, la surface d'essai doit être débarrassée de tout contaminant, empreintes digitales ou autres taches indésirables. Si la surface est recouverte d'une fine pellicule huileuse, elle doit être dégraissée, avant de procéder à l'essai, à l'aide d'un solvant approprié à température ambiante (ne dépassant pas 35 °C). Si nécessaire, les échantillons doivent être stockés à des températures ne dépassant pas 40 °C et une humidité relative inférieure à 70 %. Pour les besoins des essais, les échantillons ne doivent pas être soumis à un séchage forcé à des températures dépassant 35 °C. Aucun traitement à base de solutions alcalines ne doit être effectué, les couches de conversion au chromate se décomposant au contact des substances alcalines. Les essais à la goutte ne sont pas toujours des moyens précis pour déterminer la présence de couches de chromate.

Les méthodes d'essai pour les éléments suivants sont données de [6.2](#) à [6.7](#) :

- détection d'une couche de chromate incolore sur zinc, cadmium et alliages aluminium-zinc ;
- détection de chrome hexavalent dans les couches de chromate colorées et incolores ;
- détermination de la teneur en chrome hexavalent ;
- détermination de la teneur totale en chrome.

Les essais doivent être effectués dans les délais indiqués ci-après :

- pour la plupart des essais ([6.2](#) à [6.4](#), [6.5.2](#) et [6.6](#) à [6.10](#)) : au moins 24 h après l'application de la couche de conversion au chromate ;
- pour l'essai spécifié en [6.5.3](#) à [6.5](#) : au moins cinq jours (5 d) après l'application de la couche de conversion au chromate ;
- pour les essais spécifiés en [6.2](#) à [6.4](#) et [6.5.2](#) : dans un délai maximal de trois jours (3 d) ;
- pour les essais spécifiés en [6.6](#) et [6.7](#) : dans un délai maximal de trente jours (30 d). Il pourrait s'avérer opportun de respecter ce délai également pour l'essai spécifié en [6.5.3](#) à [6.5.5](#).

Les méthodes d'essai pour les éléments suivants sont données respectivement en [6.8](#), [6.9](#) et [6.10](#) :

- détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion au chromate ;
- adhérence par abrasion ;
- évaluation de la qualité de la couche au chromate.