

---

---

**Revêtements métalliques et couches  
d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur  
de revêtement — Méthode par coupe  
micrographique**

*Metallic and oxide coatings — Measurement of coating thickness —  
Microscopical method*

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

ISO 1463:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6bb71ba1-e895-49a9-a11d-80c491851b92/iso-1463-2021>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

ISO 1463:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6bb71ba1-e895-49a9-a11d-80c491851b92/iso-1463-2021>



**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](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 Domaine d'application</b>	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b>	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b>	<b>1</b>
<b>4 Principe</b>	<b>1</b>
<b>5 Facteurs influant sur l'incertitude de mesure</b>	<b>1</b>
5.1 Rugosité de surface	1
5.2 Inclinaison de la coupe transversale	2
5.3 Déformation du revêtement	2
5.4 Arrondissement des bords du revêtement	2
5.5 Revêtement complémentaire	2
5.6 Attaque	2
5.7 Effet d'étalement (ou de beurrage)	2
5.8 Grossissement	2
5.9 Étalonnage de la platine micrométrique	2
5.10 Étalonnage du dispositif de mesure de longueur du microscope	3
5.10.1 Oculaire micrométrique	3
5.10.2 Traitement d'image numérique	3
5.11 Uniformité de grossissement	3
5.12 Qualité des lentilles	4
5.13 Orientation des lignes de mesurage	4
5.14 Longueur du tube	4
<b>6 Préparation des coupes transversales</b>	<b>4</b>
<b>7 Mesurage</b>	<b>4</b>
<b>8 Incertitude de mesure</b>	<b>4</b>
<b>9 Rapport d'essai</b>	<b>5</b>
<b>Annexe A (informative) Conseils pour la préparation et le mesurage des coupes transversales</b>	<b>6</b>
<b>Annexe B (informative) Inclinaison de la coupe transversale et mesurage des revêtements en dents de scie</b>	<b>10</b>
<b>Annexe C (informative) Exemples de réactifs types à utiliser pour l'attaque à température ambiante</b>	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>14</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*, 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 1463:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'un traitement d'image numérique pour microscopes optiques;
- ajout de conseils et de méthodes supplémentaires pour la préparation de coupes micrographiques;
- suppression d'une formule d'attaque dangereuse de l'[Annexe C](#).

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 couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode par coupe micrographique

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation du présent document peut impliquer des produits, des opérations et des équipements à caractère dangereux. Le présent document ne prétend pas traiter tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité des utilisateurs du présent document de prendre des mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel avant application du document.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesure de l'épaisseur locale des revêtements métalliques, des couches d'oxyde, et des revêtements de porcelaine ou d'émail vitrifié, par examen de coupes transversales à l'aide d'un microscope optique.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants 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/>

### 3.1

#### épaisseur locale

moyenne des mesures d'épaisseur, correspondant au nombre prescrit à l'intérieur de l'aire de référence

[SOURCE: ISO 2064:1996, 3.4]

## 4 Principe

Un échantillon de matériau est prélevé dans le matériau test et enrobé. La coupe transversale enrobée est préparée par des techniques appropriées de meulage, polissage et attaque. L'épaisseur de revêtement est mesurée sur la coupe transversale au moyen d'une échelle étalonnée.

**NOTE** Ces techniques seront familières aux spécialistes de la métallographie, mais certains conseils sont donnés à l'[Article 5](#) et à l'[Annexe A](#), à l'usage d'opérateurs moins expérimentés.

## 5 Facteurs influant sur l'incertitude de mesure

### 5.1 Rugosité de surface

Si le revêtement ou son substrat présente une surface rugueuse, l'irrégularité de l'une des interfaces, ou des deux, peut affecter l'exactitude des mesures effectuées sur la coupe (voir [A.6](#)).

## 5.2 Inclinaison de la coupe transversale

Si le plan de la coupe transversale n'est pas perpendiculaire au plan du revêtement, l'épaisseur mesurée sera supérieure à l'épaisseur vraie, par exemple une inclinaison de 10° par rapport à la perpendiculaire entraînera une incertitude de 1,5 %.

NOTE [B.1](#) fournit des recommandations relatives à l'inclinaison de la coupe transversale.

## 5.3 Déformation du revêtement

Une température ou une pression excessive pendant la phase d'enrobage et la préparation de coupes transversales de revêtements tendres ou de revêtements qui fondent à une basse température, ainsi qu'une abrasion excessive des matériaux fragiles pendant la préparation des coupes transversales, peuvent provoquer une déformation préjudiciable du revêtement.

## 5.4 Arrondissement des bords du revêtement

Si les bords du revêtement sont arrondis, c'est-à-dire si la coupe transversale n'est pas complètement plane jusqu'aux bords, il est impossible d'observer l'épaisseur vraie au microscope. Cet arrondissement des bords peut résulter d'une mauvaise opération d'enrobage, de meulage, de polissage ou d'attaque. Cela est en général réduit en recouvrant l'échantillon d'un revêtement complémentaire avant montage (voir [A.2](#)).

## 5.5 Revêtement complémentaire

Le revêtement complémentaire de l'échantillon protège les bords du revêtement pendant la préparation des coupes transversales et empêche ainsi les erreurs de mesurage. La dissolution du matériau de revêtement pendant l'opération de dépôt du revêtement complémentaire peut entraîner une valeur de mesurage d'épaisseur plus faible.

## 5.6 Attaque

Une attaque optimale produit une ligne sombre, fine et bien nette à l'interface entre les deux métaux. Une attaque excessive donne une ligne large ou mal définie susceptible d'errer les mesurages.

## 5.7 Effet d'étalement (ou de beurrage)

Un polissage inapproprié ou un revêtement complémentaire avec un métal plus mou sont susceptibles d'entraîner le beurrage d'un métal sur l'autre, masquant ainsi la limite entre le revêtement et le substrat. Ce problème peut être levé en renouvelant la préparation de la coupe transversale du métal revêtu jusqu'à obtenir la répétabilité du mesurage de l'épaisseur (voir [A.3](#) et [A.5](#)) et également par l'utilisation d'un métal plus dur comme revêtement complémentaire.

## 5.8 Grossissement

Pour une épaisseur de revêtement déterminée, l'incertitude de mesure augmente en général quand le grossissement diminue. Il convient de choisir le grossissement de sorte que le champ de vision soit compris entre  $1,5 \times$  et  $3 \times$  l'épaisseur de revêtement.

## 5.9 Étalonnage de la platine micrométrique

Toutes les incertitudes d'étalonnage de la platine micrométrique seront reportées sur le mesurage de l'échantillon. La longueur de l'étalon utilisé devra être adaptée à l'échantillon mesuré et la traçabilité de l'étalonnage assurée.

## 5.10 Étalonnage du dispositif de mesure de longueur du microscope

### 5.10.1 Oculaire micrométrique

L'oculaire micrométrique à fil (gradué) est un moyen satisfaisant pour effectuer le mesurage de l'échantillon. Le mesurage ne sera pas plus exact que l'étalonnage de l'oculaire. Comme l'étalonnage dépend de l'opérateur, ce doit être la même personne qui étalonne l'oculaire et qui effectue le mesurage.

On peut raisonnablement fixer à moins de 1 % la dispersion obtenue pour des étalonnages répétés de l'oculaire micrométrique. La distance entre les deux lignes de la platine micrométrique utilisée pour l'étalonnage doit être connue à 0,2  $\mu\text{m}$  près ou à 0,1 % près, la valeur la plus élevée étant déterminante.

Certains oculaires micrométriques à fractionnement de l'image présentent une non-linéarité qui introduit une incertitude pouvant atteindre 1 % pour de courtes distances de mesurage.

Des incertitudes peuvent être introduites par le jeu du mouvement de l'oculaire micrométrique. Pour éliminer cette incertitude, veiller à ce que le dernier mouvement lors de l'alignement du fil de la graduation se fasse toujours dans la même direction.

### 5.10.2 Traitement d'image numérique

Actuellement, les microscopes à tube trinoculaire, les adaptateurs pour appareil photo à lentille de projection et les appareils photo numériques connectés à un ordinateur doté d'un logiciel de capture et de traitement d'image sont à la pointe de la technique. De même qu'au [5.10.1](#), le mesurage ne sera pas plus exact que l'ajustage et l'étalonnage de la fonction de mesure de la longueur (combinaison de matériel et de logiciel).

Pour le réglage, des images numériques à partir de la platine micrométrique (dans les deux directions parallèles à l'axe x et y de l'image) sont enregistrées pour chaque combinaison d'objectif, et, s'il y a lieu, le changement de grossissement introduit par l'appareil photo, et le réglage de la résolution de l'appareil photo (pleine résolution et paramètres types du regroupement de pixels). La longueur dans l'espace de l'objet représenté par un pixel de l'image numérique est calculée en mesurant une distance connue sur la platine micrométrique avec une fonction propre au logiciel et est ensuite sauvegardée dans le logiciel. Habituellement, après un tel réglage, les images sont enregistrées «étalonnées», à savoir avec le facteur  $\mu\text{m}$  par pixel attribué à l'image, en sélectionnant dans le logiciel au moment de la capture de l'image, l'objectif et s'il y a lieu le changement de grossissement introduit par l'appareil photo, et la résolution en pixels de l'appareil photo.

Le réglage et/ou l'étalonnage sont généralement stables pendant une longue période. Par ailleurs, ils ne dépendent pas de l'opérateur tant qu'aucune variation n'est appliquée au tube, à un ou aucun changement de grossissement dû à l'appareil photo, à l'adaptateur d'appareil photo ou à l'appareil photo lui-même n'a lieu et tant que la même résolution de l'appareil photo (nombre de pixels dans la direction x et y) est utilisée pour le réglage et/ou l'étalonnage et pour le mesurage. Il suffit normalement d'enregistrer les images à intervalles de temps réguliers à partir de la platine micrométrique et de mesurer les distances connues. Lorsque l'écart entre la longueur mesurée et la longueur certifiée est inférieure à une limite d'incertitude définie raisonnablement pour les mesures de la longueur, que le laboratoire souhaite atteindre, par exemple 1 %, l'étalonnage est toujours valable et aucun ré-ajustage n'est nécessaire.

## 5.11 Uniformité de grossissement

Des incertitudes peuvent se produire si le grossissement n'est pas uniforme sur tout le champ. Par conséquent, veiller à ce que l'étalonnage et le mesurage soient effectués sur la même partie de champ, les limites étant équidistantes de l'axe optique.

## 5.12 Qualité des lentilles

Un manque de netteté de l'image contribuant à l'incertitude de mesure, veiller à utiliser des lentilles de bonne qualité.

NOTE La netteté de l'image peut parfois être améliorée par l'emploi d'une lumière monochromatique.

## 5.13 Orientation des lignes de mesurage

S'assurer que le mouvement du fil de la graduation de l'oculaire lors de l'alignement ou la ligne de mesurage d'un logiciel de traitement d'image numérique se fait perpendiculairement aux limites de la coupe transversale du revêtement. Par exemple une erreur d'alignement de 10° entraînera une incertitude de 1,5 %.

## 5.14 Longueur du tube

Toute variation de la longueur du tube entraîne une variation de grossissement et une incertitude de mesurage si la variation se produit entre l'étalonnage et le mesurage. Prendre soin d'éviter toute variation de la longueur du tube, qui peut se produire lors d'un repositionnement de l'oculaire dans le tube, d'une modification du réglage du tube d'oculaire, lorsque l'adaptateur pour appareil photo est repositionné ou changé, et, pour certains microscopes, lors d'une mise au point de précision.

## 6 Préparation des coupes transversales

Préparer, enrober, meuler, polir et attaquer l'échantillon de manière que

- a) la coupe transversale soit perpendiculaire au revêtement,
- b) la surface soit plane et que la mise au point soit correcte sur la totalité de la largeur de l'image du revêtement, au grossissement utilisé pour le mesurage,
- c) tout le matériau déformé par le découpage ou la coupe transversale soit enlevé, et
- d) les limites de la coupe transversale du revêtement soient nettement définies simplement par un aspect contrasté ou par une ligne étroite et bien définie.

NOTE De plus amples indications sont données à l'[Article 5](#) et à l'[Annexe A](#). Quelques réactifs types d'attaque sont décrits dans l'[Annexe C](#).

## 7 Mesurage

7.1 Tenir compte de façon nécessaire, de tous les facteurs mentionnés dans l'[Article 5](#) et dans l'[Annexe A](#).

7.2 Étalonner le microscope et son dispositif de mesure à l'aide d'une platine micrométrique certifiée ou étalonnée.

7.3 Mesurer la largeur de l'image de la coupe transversale du revêtement au moins en cinq points répartis sur la longueur de la coupe transversale.

NOTE Des indications concernant le mesurage de l'inclinaison de la coupe transversale et des revêtements en dents de scie sont données à l'[Annexe B](#).

## 8 Incertitude de mesure

Le microscope et le matériel annexe, son utilisation et son étalonnage, ainsi que la méthode de préparation de la coupe transversale, doivent être choisis de manière à permettre une détermination de l'épaisseur de revêtement à 1 µm près ou 10 % près de l'épaisseur réelle, la valeur la plus élevée



étant déterminante. La méthode permet d'obtenir une incertitude de mesure absolue de 0,8 µm et, lorsque l'épaisseur est supérieure à 25 µm, une incertitude de mesure raisonnable de 5 % au maximum (voir également [B.3](#)). Cependant, en préparant avec soin l'échantillon et en utilisant les instruments appropriés, la présente méthode peut donner une incertitude de mesure de 0,4 µm dans des conditions reproductibles.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 1463:2021;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) les résultats de l'essai, indiquant
  - 1) l'endroit sur l'objet revêtu où la coupe transversale a été prélevée,
  - 2) l'épaisseur mesurée en chaque point (voir [7.3](#)) en micromètres (ou en millimètres si elle est supérieure à 1 mm), et
  - 3) l'épaisseur locale, c'est-à-dire la moyenne arithmétique des épaisseurs mesurées;
- d) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié;
- e) tout phénomène inhabituel (anomalie) observé pendant l'essai;
- f) la date de l'essai.

ITEH Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

ISO 1463:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6bb71ba1-e895-49a9-a11d-80c491851b92/iso-1463-2021>

## Annexe A (informative)

### Conseils pour la préparation et le mesurage des coupes transversales

#### A.1 Généralités

La préparation d'échantillons et le mesurage de l'épaisseur de revêtement dépendent en grande partie des techniques individuelles, et le nombre de techniques appropriées est relativement grand. Il n'est donc ni raisonnable de n'en spécifier que quelques-unes, ni possible de toutes les citer. Les techniques décrites dans la présente annexe ont pour but d'aider les métallographes inexpérimentés à mesurer l'épaisseur de revêtement.

#### A.2 Montage

##### A.2.1 Généralités

Pour éviter que les bords de la coupe transversale ne s'arrondissent, il convient de plaquer la surface libre du revêtement de sorte qu'il n'y ait pas d'espace libre entre le revêtement et l'enrobage. Pour cela, les deux principales méthodes sont : de déposer un revêtement sur la surface de l'échantillon ou de réaliser un montage sans interstice.

##### A.2.2 Revêtement complémentaire

Habituellement, l'échantillon est recouvert d'une couche d'au moins 10 µm d'épaisseur d'un métal de dureté similaire à celle du revêtement.

Dans le cas de revêtements durs, fragiles (par exemple revêtements d'oxyde ou de chrome), de bons résultats ont été obtenus en enveloppant fermement l'échantillon dans une feuille souple d'aluminium avant le montage.

Si le revêtement est tendre, le dépôt d'une couche supplémentaire de métal plus tendre rendra le polissage plus difficile, parce que le métal plus mou a tendance à s'abriter plus rapidement. Cependant, dans certains cas, un revêtement tendre peut être déposé sur un métal plus dur, par exemple le cuivre, l'argent ou l'or peuvent être revêtus de nickel.

Un dépôt de cuivre sur du zinc ou du cadmium peut causer des difficultés car lors de l'attaque chimique, le cuivre dissous aura tendance à se déposer sur le revêtement. Il est préférable de déposer du cadmium sur le zinc et vice versa.

Un revêtement complémentaire peut également être effectué par des procédés autocatalytiques, par exemple du nickel-phosphore peut convenir sur de l'or.

Si une surface (partiellement) non conductrice ou insuffisamment conductrice doit être recouverte d'un revêtement complémentaire, par exemple un masque photographique sur un coupon d'une carte de circuit imprimé dont le motif vient d'être déposé, ou une couche de passivation ou encore une couche isolante sur du zinc, il est possible de tenter de pulvériser au préalable une fine couche d'or et ensuite de revêtir avec du nickel la surface de l'échantillon, (en omettant les étapes de prétraitement habituelles). Malheureusement, l'adhérence du revêtement complémentaire ne peut pas être garantie dans ce cas, mais lorsqu'elle est obtenue, les résultats peuvent être bons.

Lorsque (dans le cas de couches de passivation, couches isolantes, couches de finition etc.) un revêtement complémentaire n'est pas possible ou pas souhaitable, il est toujours recommandé de pulvériser