
**Boîtes de montres et leurs accessoires —
Revêtements d'alliage d'or —**

Partie 2:

Détermination du titre, de l'épaisseur, de la
résistance à la corrosion et de l'adhérence

[ISO 3160-2:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/3160-2/1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/3160-2/1992> Watch cases and accessories — Gold alloy coverings —

Part 2: Determination of fineness, thickness, corrosion resistance and
adhesion



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3160-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 114, *Horlogerie*, sous-comité SC 6, *Revêtements en métaux précieux*.

ISO 3160-2:1992

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3160-2:1982), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 3160 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or*.

- *Partie 1: Exigences générales*
- *Partie 2: Détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence*
- *Partie 3: Essais de résistance à l'abrasion d'un type de revêtement sur éprouvettes normalisées*

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 3160. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or —

Partie 2:

Détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3160 prescrit des méthodes de détermination du titre, de l'épaisseur, de la résistance à la corrosion et de l'adhérence des revêtements d'alliage d'or sur les boîtes de montres et leurs accessoires, ainsi que sur les bracelets lorsque ceux-ci sont inséparables de la boîte.

Les essais ne s'appliquent qu'aux surfaces significatives.

La présente partie de l'ISO 3160 est applicable aux revêtements d'alliage d'or spécifiés dans l'ISO 3160-1.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3160. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3160 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1463:1982, *Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par coupe micrographique.*

ISO 2177:1985, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode coulométrique par dissolution anodique.*

ISO 3160-1:1982, *Boîtes de montres et leurs accessoires — Revêtements d'alliage d'or — Partie 1: Exigences générales.*

ISO 3497:1990, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthodes par spectrométrie de rayons X.*

ISO 3543:1981, *Revêtements métalliques et non métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta.*

ISO 3868:1976, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode basée sur le principe de Fizeau d'interférométrie à faisceaux multiples.*

ISO 4524-1:1985, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or — Partie 1: Détermination de l'épaisseur du dépôt.*

ISO 4524-4:1985, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or — Partie 4: Détermination de la teneur en or.*

ISO 4524-5:1985, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or — Partie 5: Essais d'adhérence.*

ISO 4538:1978, *Revêtements métalliques — Essai de corrosion à la thioacétamide (Essai TAA).*

ISO 9220:1988, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode au microscope électronique à balayage.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 3160, la définition suivante s'applique.

3.1 surface significative: Partie de la surface qui reçoit le revêtement d'alliage d'or et qui est indispensable à l'aspect ou à la fonction de la pièce.

À défaut, d'entente entre le fabricant et le client, la surface considérée est celle qui peut être touchée par une bille de diamètre de 5 mm.

4 Généralités

Dans le contexte de la présente partie de l'ISO 3160, le terme «corrosion» comprend le ternissement et l'oxydation, l'attaque en profondeur et les effets d'une infiltration d'agents agressifs dans les lacunes de la protection.

En général, sauf avis contraire, il est exigé que les surfaces revêtues d'alliage d'or n'aient subi aucune détérioration après chacun des contrôles proposés. Or, dans la pratique, cette condition n'est jamais strictement remplie et l'on observe certaines altérations, surtout aux bords des parties revêtues d'or. Par conséquent, l'interprétation des résultats demande une certaine dose de bon sens et, au besoin, une entente entre le fournisseur et son client. La présence de tels défauts, qui sont presque inévitables, exclut la vente de la pièce contrôlée comme article neuf. À cet égard, les contrôles sont à considérer comme destructifs.

Les méthodes de contrôle sont applicables à tous les revêtements d'alliage d'or énumérés dans l'ISO 3160-1.

5 Détermination du titre

Si le titre est mesuré sur un revêtement d'alliage d'or séparé du métal de base, la méthode utilisée pour la séparation ne doit pas affecter le titre du revêtement d'alliage d'or de façon significative.

La méthode de séparation de l'échantillon est définie dans l'annexe A.

5.1 Méthode de base

La méthode faisant appel à l'analyse par coupellation est recommandée comme méthode de base.

5.2 Méthodes secondaires

Les méthodes suivantes peuvent être utilisées:

- a) analyse chimique en solution aqueuse par réduction, par exemple, par du dioxyde de soufre ou par tout autre réducteur approprié;
- b) analyse par
 - spectrométrie d'absorption atomique,
 - spectrophotométrie,
 - spectrométrie de rayons X,
 - spectrométrie d'émission atomique (méthode ICP);
- c) méthode par pierre de touche (utilisée seulement pour évaluer le titre approximatif);
- d) toute autre méthode physico-chimique.

Quelle que soit la méthode utilisée, elle doit être capable d'indiquer le titre avec une erreur ne dépassant pas 50 millièmes.

6 Détermination de l'épaisseur

Les méthodes d'essais pour déterminer l'épaisseur des revêtements d'alliage d'or sont définies dans l'annexe B.

6.1 Méthodes de base

Les méthodes suivantes sont recommandées:

- a) méthode par dissolution et analyse chimique pour toutes les épaisseurs (épaisseurs moyennes);
- b) méthode par microsection pour les épaisseurs de 5 μm (– 20 %) et au-dessus (épaisseurs locales).

En cas d'arbitrage (épaisseurs locales), la méthode par microsection spécifiée dans l'ISO 1463 doit être utilisée.

6.2 Méthodes secondaires

Pour autant qu'il n'y ait aucune contestation, les méthodes suivantes peuvent être utilisées:

- a) dissolution et mesurage par la méthode micrométrique;
- b) rétrodiffusion des rayons bêta (voir ISO 3543);
- c) spectrométrie de rayons X (fluorescence) (voir ISO 3497);
- d) coulométrie (voir ISO 2177);

- e) interférométrie à faisceaux multiples (voir ISO 3868);
- f) méthode au microscope électronique à balayage (voir ISO 9220).

7 Détermination de la résistance à la corrosion

7.1 Généralités

Les différentes formes de corrosion qui se manifestent sur un article revêtu d'alliage d'or peuvent être divisées en trois groupes.

- a) Corrosion du métal de base aux points où le revêtement présente des lacunes. Des cellules électrochimiques peuvent agir en ces points et accélérer le processus de pénétration, ainsi qu'à la limite entre le revêtement et le métal de base.
- b) Attaque provoquée par des agents salins, ou peut-être par des agents légèrement acides (contact avec la transpiration, les matériaux d'emballage, les cuirs ou certaines matières plastiques). Les produits de corrosion peuvent être de différentes couleurs: orange, violet, bleu, vert ou brun.
- c) Attaque provoquée par des agents à base de soufre (hydrogène sulfuré de l'atmosphère, caoutchouc vulcanisé, etc.). De tels agents peuvent également attaquer le métal de base aux points où le revêtement protecteur présente des lacunes; par ailleurs, ils modifient la coloration de la surface, qui peut même devenir noire et mate.

Les essais proposés permettent, dans une certaine mesure, de distinguer ces différents effets. Les revêtements d'alliage d'or doivent être résistants dans tous les milieux décrits ci-dessous. Selon la nature de l'article, le fournisseur peut fixer, d'entente avec son client, le nombre de pièces qu'il faudra soumettre à chaque essai.

Le développement de la corrosion est étroitement lié à l'humidité relative du milieu ambiant.

7.2 Échantillonnage et préparation

Selon la nature de l'article, le fournisseur peut, avec l'accord de son client, déterminer le nombre de pièces soumises à chaque contrôle et les conditions du contrôle. Les conditions du contrôle doivent être énoncées dans le rapport de contrôle.

Les contrôles pour la détermination de la résistance à la corrosion sont applicables aux pièces terminées, dans l'état où elles sont livrées à la clientèle. Ils sont aussi applicables en cours de fabrication, mais toute interprétation des résultats doit tenir compte de la forme que prendra la pièce à l'état définitif.

7.2.1 Contrôle des pièces terminées livrées prêtes à l'usage

Si l'article à contrôler est livré prêt à l'usage, aucune opération de nettoyage ne doit être effectuée. Il est notoire que les résidus qui subsistent après un rinçage insuffisant ont une grande influence sur le ternissement. Il est nécessaire de contrôler l'article dans l'état où il sera reçu par le client.

7.2.2 Contrôle d'un procédé de recouvrement sans traitement de passivation

En contrôlant la qualité du revêtement sur les surfaces significatives, on doit s'efforcer d'éviter toute influence insolite. L'échantillon doit être complètement nettoyé, d'abord avec un détergent en solution aqueuse, ensuite dans l'eau distillée et l'éthanol ou l'isopropanol. Le dégraissage dans un solvant chloré est insuffisant.

7.2.3 Surfaces non significatives

Les surfaces non significatives de l'objet doivent être enduites d'un vernis ou d'un revêtement suffisamment résistant pour exclure, pendant toute la durée de l'essai, toute attaque du métal protégé.

7.3 Continuité du revêtement (essai de porosité)

7.3.1 Essai pour un métal de base cuivreux, avec ou sans nickel, et les alliages de fonderie à base de zinc

7.3.1.1 Récipient d'essai

Utiliser un récipient fermé d'une forme appropriée, en verre ou en matière plastique résistant aux acides, pour exposer l'échantillon de tous côtés à l'atmosphère corrosive.

7.3.1.2 Solution d'essai

La solution d'essai doit avoir la composition suivante:

- Acide acétique concentré, pur: 50 % (m/m)
- Eau: 50 % (m/m)

Le récipient doit être rempli de cette solution jusqu'à une hauteur de 10 mm environ. Ses parois doivent être garnies de papier buvard épais qui plonge dans le liquide.

7.3.1.3 Position de l'échantillon

L'échantillon doit être suspendu à un crochet en verre, à une distance d'au moins 30 mm du liquide et des parois du récipient.

7.3.1.4 Température durant l'essai

La température durant l'essai doit être de $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

7.3.1.5 Durée de l'essai

La durée de l'essai doit être de 24 h.

7.3.1.6 Critères

Lors d'une observation à l'œil nu, l'échantillon ne doit pas présenter de gouttelettes vertes ni d'accumulations de dépôts verts en aucun point de sa surface significative. Sur les alliages de fonderie à base de zinc, aucun dépôt blanc ne doit apparaître.

7.3.2 Essai pour un métal de base ferreux

7.3.2.1 Récipient d'essai

Utiliser un récipient fermé d'une forme appropriée, en verre ou en matière plastique résistant aux acides, pour exposer l'échantillon de tous côtés à l'atmosphère corrosive.

7.3.2.2 Mélange d'essai

Le mélange sursaturé doit avoir la composition suivante:

- Métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) cristallin: 45 % (m/m)
- Eau: 55 % (m/m)

Le récipient doit être rempli de cette solution jusqu'à une hauteur de 10 mm environ. Ses parois doivent être garnies de papier buvard épais qui plonge dans le liquide.

7.3.2.3 Position de l'échantillon

L'échantillon doit être suspendu à un crochet en verre, à une distance d'au moins 30 mm du liquide et des parois du récipient.

7.3.2.4 Température durant l'essai

La température durant l'essai doit être de $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

7.3.2.5 Durée de l'essai

La durée de l'essai doit être de 24 h.

7.3.2.6 Critères

Lors d'une observation à l'œil nu, l'échantillon ne doit présenter de traces de corrosion en aucun point de

sa surface significative. Un léger ternissement général des revêtements de bas titre est admis.

7.3.3 Détermination impossible du métal de base

S'il est impossible de déterminer la nature du métal de base, utiliser l'essai décrit en 7.3.1.

7.4 Essai aux agents salins et acides (sueur synthétique)

7.4.1 Récipient d'essai

Utiliser un récipient fermé en verre Pyrex (ou en verre équivalent), qui se laisse chauffer à une température de 40 °C .

7.4.2 Solution d'essai

La solution d'essai doit avoir la composition suivante:

- Chlorure de sodium: 20 g/l
- Chlorure d'ammonium: 17,5 g/l
- Urée: 5 g/l
- Acide acétique: 2,5 g/l
- Acide lactique: 15 g/l
- Hydroxyde de sodium: quantité nécessaire pour porter le pH à 4,7.

Le récipient doit être rempli de cette solution jusqu'à une hauteur de 10 mm environ.

Ensuite, un fin brouillard de la même solution doit être répandu sur la surface de l'échantillon au moyen d'un pulvérisateur en verre et l'échantillon doit immédiatement être placé dans l'environnement d'essai.

7.4.3 Position de l'échantillon

L'échantillon doit être suspendu à un crochet en verre, à une distance d'au moins 30 mm du liquide et des parois du récipient.

NOTE 1 On peut déposer sur du coton imbibé de sueur les échantillons ne pouvant être suspendus, mais la reproductibilité est moins bonne.

7.4.4 Température durant l'essai

La température durant l'essai doit être de $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

7.4.5 Durée de l'essai

La durée de l'essai doit être au minimum de 24 h.

7.4.6 Critères

Après lavage à l'eau, la couleur du revêtement ne doit pas avoir changé si on la compare avec un échantillon témoin. L'apparition d'un léger ternissement peut être tolérée s'il peut être éliminé par un essuyage de l'échantillon. Un léger ternissement général des revêtements de bas titre est admis. Aucun amas salin ne doit s'être développé. Il ne doit pas non plus y avoir de taches de corrosion.

7.5 Contrôle des effets d'agents soufrés

Exécuter le contrôle à la thioacétamide en effectuant l'essai prescrit dans l'ISO 4538 durant 48 h.

8 Contrôle de l'adhérence

Les contrôles de l'adhérence des différents dépôts d'alliage d'or doivent satisfaire aux exigences spécifiées dans l'ISO 4524-5. Ils doivent faire l'objet d'un accord préliminaire entre le fournisseur et le client.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3160-2:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b9313ff-0264-44b5-9e3e-696c0b8b0d0a/iso-3160-2-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b9313ff-0264-44b5-9e3e-696c0b8b0d0a/iso-3160-2-1992>

Annexe A (normative)

Méthode pour obtenir un échantillon d'un revêtement d'alliage d'or

A.1 Introduction

Pour amener le revêtement d'alliage d'or sous une forme qui se prête à l'analyse et pour pouvoir le peser, il est nécessaire de le séparer du métal de base.

La teneur en or est déterminée alors par l'une des méthodes décrites en 5.1 et 5.2. Puisqu'une séparation mécanique complète n'est possible que dans la minorité des cas, on procède à cette séparation par dissolution du métal de base. Afin d'éviter toute attaque du revêtement d'alliage d'or, la durée du contact avec l'acide doit être réduite au maximum. Ceci peut être assuré par l'une des méthodes suivantes:

- Les cornes et les bords de l'échantillon ou d'une partie de celui-ci doivent être chanfreinés par limage, etc., afin d'augmenter la surface à attaquer. Par ce procédé, on perd inévitablement une partie du revêtement d'alliage d'or. Cependant, aucune erreur n'est à craindre puisque cette méthode concerne seulement le titre du revêtement d'alliage d'or et non pas la quantité totale d'or déposée sur l'échantillon.
- Le métal de base est tout d'abord éliminé le plus possible par des moyens mécaniques (limage, fraisage, tournage, etc.) et ce qui en reste est dissous dans l'acide.
- Une quantité suffisante du revêtement d'alliage d'or est prélevée, dans la mesure du possible, par des moyens mécaniques (par exemple, par grattage) et le métal de base encore adhérent est éliminé par dissolution dans de l'acide.

A.2 Dissolution du métal de base

Pour les alliages de cuivre, nickel et fer non passifs, on utilise de l'acide nitrique, $\rho = 1,1$ g/ml (1 partie d'acide nitrique concentré pour 4 parties d'eau distillée). Lorsque les revêtements d'alliage d'or sont d'un titre inférieur à 700 millièmes, on réduit la concentration de l'acide nitrique, par exemple à $\rho = 1,05$ g/ml (1 partie d'acide nitrique concentré pour 9 parties d'eau distillée). La durée nécessaire pour une dissolution complète est d'autant plus longue que l'acide est plus dilué. Si un trouble (dû à la présence de l'étain) apparaît dans la solution du métal de base, on peut l'éviter en ajoutant à la solution 2 % d'acide

fluorhydrique ou 5 % d'acide tétrafluoroborique (dans un récipient en polypropylène).

Pour l'acier inoxydable, on utilise de l'acide chlorhydrique, $\rho = 1,125$ g/ml (5 parties d'acide chlorhydrique pour 3 parties d'eau distillée). Les alliages d'aluminium peuvent être dissous dans une solution d'hydroxyde de sodium à 10 % (*m/m*). Généralement, ces échantillons ont des sous-couches de cuivre et/ou de nickel qui ne sont pas attaquées par l'hydroxyde de sodium. Ces sous-couches doivent être dissoutes dans de l'acide nitrique dilué, comme décrit ci-dessus, après dissolution complète de l'aluminium de base.

Dans tous les cas, le métal de base et les revêtements sous-jacents (s'il y en a) sont dissous en chauffant le réactif d'attaque à une température de 90 °C à 95 °C. La solution est décantée après dissolution complète du métal de base; la couche restante est alors lavée plusieurs fois, d'abord dans de l'acide nitrique dilué puis dans de l'eau distillée, et séchée à 110 °C.

Certains revêtements d'alliage d'or se désintègrent complètement après dissolution du métal de base. En pareil cas, la solution est filtrée sur un creuset-filtre et l'alliage d'or est lavé et séché comme décrit ci-dessus.

Certaines précautions doivent être prises pour les métaux de base contenant de l'étain, car l'hydroxyde stannique adhère très fortement au revêtement d'alliage d'or. Afin d'éviter une précipitation gênante d'hydroxyde stannique, on doit ajouter de la solution d'acide fluorhydrique ou d'acide tétrafluoroborique, comme indiqué dans le premier alinéa du présent article.

A.3 Analyse du revêtement d'alliage d'or

Le revêtement d'alliage d'or restant, après dissolution du métal de base et des sous-couches (s'il y en a), est pesé et analysé selon les méthodes décrites en 5.1 et 5.2. On peut se référer également à l'ISO 4524-4 et aux ouvrages classiques traitant de l'analyse des métaux nobles tels que celui cité en [3].

NOTE 2 Malgré toutes les précautions prises, il n'est pas toujours possible d'éviter une attaque chimique du revêtement d'alliage d'or pendant la dissolution du métal de base. Si le cas devait se produire, on obtiendrait des résultats erronés par excès. Afin d'éviter cette erreur, on peut

appliquer la méthode suivante, qui consiste à dissoudre le revêtement d'alliage d'or au lieu du métal de base:

L'échantillon à l'essai est pesé avec exactitude et recouvert d'un vernis-épargne sur toutes ses faces, à l'exception de la surface qui servira à la détermination du titre du revêtement d'alliage d'or. Cette surface devrait avoir au minimum 0,1 cm². Le revêtement d'alliage d'or est ensuite dissous anodiquement dans un électrolyte approprié, qui ne doit pas attaquer le métal de base (ou seulement sous une tension plus élevée). On peut se procurer les électrolytes commerciaux nécessaires auprès des fabricants d'appareils de mesure d'épaisseur des placages par coulométrie. La dissolution du revê-

tement d'alliage d'or est suivie par le mesurage de la tension de la cellule. Le point ultime est indiqué par une élévation rapide de cette tension lorsque le métal de base ou de la sous-couche arrive en contact avec l'électrolyte. L'électrolyse est alors immédiatement arrêtée. L'or est dosé par voie chimique dans la solution obtenue, de préférence par spectrométrie d'absorption atomique. Le titre du revêtement d'alliage d'or est calculé à partir de la teneur en or de la solution et de la perte de masse de l'échantillon. Pour obtenir des résultats tout à fait corrects, il est nécessaire de peser avec une exactitude d'au moins 2 %.

On peut se référer à l'ISO 2177 pour avoir plus de détails concernant cette méthode.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3160-2:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b9313ff-0264-44b5-9e3e-696c0b8b0d0a/iso-3160-2-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b9313ff-0264-44b5-9e3e-696c0b8b0d0a/iso-3160-2-1992>