
Norme internationale



3613

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Couches de conversion au chromate sur zinc et cadmium — Méthodes d'essai

Chromate conversion coatings on zinc and cadmium — Test methods

Première édition — 1980-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3613:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5d5df8f-97b1-4cd6-97c0-2faadb8de9d/iso-3613-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5d5df8f-97b1-4cd6-97c0-2faadb8de9d/iso-3613-1980>

CDU 669.58 + 669.738 : 620.19

Réf. n° : ISO 3613-1980 (F)

Descripteurs : revêtement non métallique, revêtement de conversion, revêtement au chromate, essai, essai chimique.

Prix basé sur 4 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 3613 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non-organiques*, et a été soumise aux comités membres en août 1977.

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne, R. F.	Israël	Royaume-Uni
Australie	Italie	Suède
Autriche	Japon	Suisse
Bésil	Mexique	Tchécoslovaquie
Espagne	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pays-Bas	USA
Hongrie	Philippines	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pologne

Couches de conversion au chromate sur zinc et cadmium — Méthodes d'essai

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour la détermination, sur le zinc et le cadmium, de

- la présence de couches de conversion au chromate incolores;¹⁾
- la présence et la quantité de chrome hexavalent dans les couches colorées et incolores;
- la teneur totale en chrome par unité de surface;
- l'adhérence satisfaisante des couches colorées.

Ces méthodes s'appliquent uniquement aux couches de conversion au chromate sur zinc et cadmium dénuées de revêtement supplémentaire tel que huile, polymère à base d'eau ou de solvant, ou cire.

Une méthode de détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion au chromate, colorées et incolores, ainsi qu'une méthode d'essai au brouillard salin neutre, sont spécifiées dans l'ISO 3892, et l'ISO 3768, respectivement, et sont rappelées en 3.5 et 3.7.

2 Références

ISO 3768, *Revêtements métalliques — Essai au brouillard salin neutre (Essai NSS)*.

ISO 3892, *Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse par unité de surface — Méthodes gravimétriques*.²⁾

3 Méthodes d'essai

Les essais doivent être effectués dans les limites de temps ci-après :

- au plus tôt 24 h après l'application de la couche de conversion au chromate pour tous les essais (3.1 à 3.7);

— au plus tard 3 jours pour les essais spécifiés en 3.1 et 3.2;³⁾

— au plus tard 30 jours pour les essais spécifiés en 3.3 et 3.4.

3.1 Essai de détection des couches de conversion au chromate incolores

3.1.1 Solution d'essai

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 litre d'eau distillée ou déionisée. Le pH de la solution doit être compris entre 5,5 et 6,8.

Le précipité blanc qui apparaît éventuellement au cours de la préparation initiale de la solution peut être dissous à l'aide de petites additions d'acide acétique, sous réserve que le pH ne descende pas plus bas que 5,5. Écarter la solution dès qu'un précipité blanc apparaît.

3.1.2 Mode opératoire

Déposer 1 goutte de la solution d'acétate de plomb (3.1.1) sur la surface à essayer.

Si le métal de base est du zinc, examiner la tache après 3 min. La présence d'une couche de conversion au chromate incolore est indiquée par la formation, retardée d'au moins 1 min, d'une tache sombre ou noire. Si la tache noire apparaît après plus de 3 min, on peut supposer qu'il existe un dépôt supplémentaire tel que cire ou huile (voir la note).

Si le métal de base est du cadmium, observer la tache durant 1 min. La présence d'une couche de conversion au chromate incolore est indiquée par la formation, retardée d'au moins 6 s, d'une tache sombre ou noire. Si la tache noire apparaît après plus de 1 min, on peut supposer qu'il existe un dépôt supplémentaire tel que cire ou huile.

Des surfaces de zinc et de cadmium qui n'auraient pas reçu une couche de conversion au chromate réagiront avec la solution d'acétate de plomb en formant une tache noire dans un délai de 2 à 5 s.

1) L'application de couches de conversion au chromate pratiquement invisibles, minces et incolores, est fréquemment appelée «passivation» tandis que l'application de couches de conversion au chromate colorées, épaisses est souvent appelée «chromatation». Le terme «passivation» est déconseillé.

2) Actuellement au stade de projet.

3) Cela peut nécessiter des accords spéciaux entre fournisseur et client.

On n'accordera pas de signification aux différences entre les retards d'apparition des taches noires allant de 1 à 3 min sur le zinc qui a reçu une couche de conversion au chromate incolore, ni à celles allant de 6 à 60 s sur du cadmium qui a reçu une couche de conversion au chromate incolore. L'état de surface du métal de base (rugosité), les variations d'épaisseur de la couche de conversion au chromate (dus aux conditions d'élaboration), les variations de la température d'essai et le contrôle précis du pH de la solution d'acétate de plomb sont autant de facteurs qui influent sur le temps de réaction et, pour cette raison, toute cotation basée sur les temps de réaction, hormis ceux indiqués précédemment, doit être écartée. Pour la même raison, l'essai ne peut être utilisé pour comparer différents types de solution de chromatation.

NOTE — Les couches de conversion au chromate, colorées et incolores, qui ont perdu leur valeur protectrice par déshydratation due à une exposition à des températures supérieures à 60 °C donneront lieu à la formation d'une tache noire en moins de 60 s sur le zinc et en moins de 5 s sur le cadmium.

3.2 Essai de détection du chrome hexavalent dans les couches de conversion au chromate, incolores et colorées

3.2.1 Solution d'essai

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

3.2.2 Mode opératoire

Déposer 1 à 5 gouttes de cette solution (3.2.1) sur la surface à contrôler. S'il y a présence de chrome hexavalent, une couleur allant du rouge au violet apparaîtra en l'espace de quelques minutes. Toute autre couleur qui apparaîtrait beaucoup plus tard, par exemple pendant le séchage, n'est pas à prendre en considération.

À titre de comparaison, il est possible de contrôler de façon similaire une surface dont on sait qu'elle n'a pas été traitée au chromate.

3.3 Détermination de la teneur en chrome hexavalent des couches de conversion au chromate, colorées — Méthode colorimétrique à la diphénylcarbazine

3.3.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.3.1.1 Acide sulfurique, solution 9 N (3 volumes d'eau + 1 volume d'acide sulfurique, ρ , 1,84 g/ml).

3.3.1.2 Diphénylcarbazine, solution.

Dissoudre 0,50 g de diphénylcarbazine dans 50 ml d'acétone. Diluer lentement, en agitant, avec 50 ml d'eau (un mélange effectué rapidement pourrait entraîner la précipitation de la diphénylcarbazine).

Pour que la solution soit le plus stable possible, la conserver au réfrigérateur, dans un flacon en verre coloré brun.

3.3.1.3 Dichromate de potassium, solution étalon.

Diluer 2 ml de solution titrée 0,1 N de dichromate de potassium à 1 litre.

1 ml de cette solution contient 3,47 μ g de chrome. Une solution contenant 9,90 mg/l de dichromate de potassium contient 3,5 μ g/ml de chrome.

3.3.1.4 Phosphate, solution tampon.

Dissoudre 55 g de dihydrogène-orthophosphate de sodium monohydraté ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau.

3.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.2.1 Absorptiomètre photo-électrique ou spectrophotomètre.

Avec l'absorptiomètre photo-électrique, utiliser un filtre ayant une transmission moyenne de 520 nm. Pour un spectrophotomètre, utiliser la longueur d'onde de 540 nm. Utiliser dans chaque cas, une cellule d'absorption de 1 cm de parcours optique.

3.3.3 Mode opératoire

3.3.3.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Dans une série de cinq fioles jaugées de 250 ml, verser respectivement 0 — 10 — 20 — 30 et 40 ml de la solution étalon de dichromate de potassium (3.3.1.3). Ajouter 100 ml d'eau et 3 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3.1.1) dans chaque fiole. Effectuer les opérations suivantes sur chaque fiole, une à la fois; ajouter 3 ml de la solution de diphénylcarbazine (3.3.1.2) et bien mélanger. Exactement 2 min après le mélange, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.3.1.4), diluer jusqu'au trait et mélanger.

Verser une partie de chaque solution dans une cellule d'absorption, et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre ou le spectrophotomètre (3.3.2.1). Terminer chaque lecture dans les 25 min qui suivent l'addition de la solution de diphénylcarbazine, la coloration obtenue n'étant pas stable. Déduire le blanc (0 ml) de chaque lecture et tracer la courbe des différences en fonction des microgrammes de chrome par 250 ml.

3.3.3.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc avec les réactifs en même temps que la détermination.

3.3.3.3 Détermination

Préparer une éprouvette mesurant environ 50 mm × 100 mm. Chauffer à l'ébullition 50 ml d'eau distillée dans un bécher approprié et y plonger entièrement l'éprouvette. Laisser l'ébullition s'effectuer exactement encore 5 min, enlever l'éprouvette, et rincer au-dessus du bécher. Refroidir le bécher et son contenu à la température ambiante, ajouter 3 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3.1.1) et mélanger. Transférer dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le bécher deux fois dans la fiole avec 10 à 15 ml d'eau distillée, ajouter 3 ml de la solution de diphénylcarbazine (3.3.1.2) et mélanger. Exactement 2 min après l'addition de la solution de diphénylcarbazine, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.3.1.4), diluer jusqu'au trait et mélanger.

Verser une partie de la solution dans une cellule d'absorption, et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre ou le spectrophotomètre (3.3.2.1). Terminer la lecture dans les 25 min qui suivent l'addition de la solution de diphénylcarbazine, la couleur obtenue n'étant pas stable. Déduire la lecture de l'essai à blanc (3.3.3.2) de la lecture de l'instrument et, en utilisant la courbe d'étalonnage (3.3.3.1), convertir en microgrammes par 250 ml.

Si la lecture obtenue se trouve à l'intérieur de la zone de la courbe au-dessous de 10 µg, répéter la détermination en utilisant une éprouvette de grandeur supérieure appropriée.

3.3.4 Expression des résultats

Déterminer l'aire de la surface totale du revêtement sur l'éprouvette, en centimètres carrés. Diviser la teneur en chrome hexavalent, obtenue en 3.3.3.3, par l'aire de la surface du revêtement pour obtenir les microgrammes de chrome hexavalent par centimètre carré.

3.4 Détermination de la teneur en chrome total des couches de conversion au chromate, colorées — Méthode colorimétrique

3.4.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.4.1.1 Persulfate d'ammonium [(NH₄)₂S₂O₈].

3.4.1.2 Hydroxyde de sodium, solution 6 N (240 g/l).

3.4.1.3 Acide sulfurique, solution 9 N (3 volumes d'eau + 1 volume d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml).

3.4.1.4 Nitrate d'argent, solution 0,1 N (17 g/l).

3.4.1.5 Phosphate, solution tampon.

Dissoudre 55 g de dihydrogène-orthophosphate de sodium monohydraté (NaH₂PO₄·H₂O) dans 100 ml d'eau.

3.4.1.6 Diphénylcarbazine, solution.

Dissoudre 0,50 g de diphénylcarbazine dans 50 ml d'acétone. Diluer lentement, en agitant, avec 50 ml d'eau (un mélange effectué rapidement pourrait entraîner la précipitation de la diphénylcarbazine).

Pour que la solution soit la plus stable possible, la conserver au réfrigérateur, dans un flacon en verre coloré brun.

3.4.1.7 Dichromate de potassium, solution étalon.

Diluer 2 ml de solution titrée 0,1 N de dichromate de potassium à 1 litre.

1 ml de cette solution contient 3,47 µg de chrome. Une solution contenant 9,90 mg/l de dichromate de potassium contient 3,5 µg/ml de chrome.

3.4.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.4.2.1 Absorptiomètre photo-électrique ou spectrophotomètre.

Avec l'absorptiomètre photo-électrique, utiliser un filtre ayant une transmission moyenne de 520 nm. Pour un spectrophotomètre, utiliser la longueur d'onde de 540 nm. Utiliser, dans chaque cas, une cellule d'absorption de 10 mm de parcours optique.

3.4.3 Mode opératoire

3.4.3.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Dans une série de cinq fioles jaugées de 250 ml, verser respectivement 0 — 10 — 20 — 30 et 40 ml de la solution étalon de dichromate de potassium (3.4.1.7). Ajouter 100 ml d'eau et 3 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4.1.3) dans chaque fiole. Effectuer les opérations suivantes sur chaque fiole, une à la fois; ajouter 3 ml de la solution de diphénylcarbazine (3.4.1.6) et bien mélanger. Exactement 2 min après le mélange, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.4.1.5), diluer jusqu'au trait et mélanger.

Verser une partie de chaque solution dans une cellule d'absorption, et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre ou le spectrophotomètre (3.4.2.1). Terminer chaque lecture dans les 25 min qui suivent l'addition de la solution de diphénylcarbazine, la coloration obtenue n'étant pas stable. Déduire le blanc (0 ml) de chaque lecture et tracer la courbe des différences en fonction des microgrammes de chrome par 250 ml.

3.4.3.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc avec les réactifs en même temps que la détermination.

3.4.3.3 Détermination

Préparer une éprouvette mesurant environ 50 mm × 100 mm.

Chauffer 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4.1.3) entre 40 et 50 °C et les verser dans un récipient contenant l'éprouvette. Bien agiter continuellement, de façon à exposer à l'acide toutes les surfaces durant 10 à 15 s. Retirer l'éprouvette et la rincer au-dessus du récipient. Diluer à environ 175 ml, ajouter environ 0,1 g du persulfate d'ammonium (3.4.1.1) et 3 ml de la solution de nitrate d'argent (3.4.1.4). Ajouter ensuite de la pierre ponce et faire bouillir durant 30 min. Refroidir et ajuster le pH de 1,5 à 1,8 avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.4.1.2) (environ 20 ml; pour mesurer le pH, déposer 1 goutte sur un papier indicateur; ne pas plonger le papier indicateur dans la solution). Transférer dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le récipient deux fois (et verser dans la fiole) avec 10 à 15 ml d'eau, ajouter 3 ml de la solution de diphénylcarbazine (3.4.1.6) et mélanger. Exactement 2 min après l'addition de la solution de diphénylcarbazine, ajouter 25 ml de la solution tampon de phosphate (3.4.1.5), diluer jusqu'au trait et mélanger.

Verser une partie de la solution dans une cellule d'absorption, et mesurer l'absorbance dans l'absorptiomètre ou le spectrophotomètre (3.4.2.1). Terminer la lecture dans les 25 min qui suivent l'addition de la solution de diphénylcarbazine, la couleur obtenue n'étant pas stable. Déduire la lecture de l'essai à blanc (3.4.3.2) de la lecture de l'instrument et, en utilisant la courbe d'étalonnage (3.4.3.1), convertir en microgrammes par 250 ml.

3.4.4 Expression des résultats

Déterminer l'aire de la surface totale du revêtement sur l'éprou-

vette, en centimètres carrés. Diviser la teneur en chrome total, obtenue en 3.4.3.3, par l'aire de la surface du revêtement pour obtenir les microgrammes de chrome total par centimètre carré.

3.5 Détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion au chromate, colorées et incolores

Effectuer cette détermination selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3892.

3.6 Essai d'adhérence des couches de conversion au chromate colorées, à l'aide de papier et de gomme

Contrôler l'adhérence d'une couche de conversion au chromate colorée en frottant la surface à la pression normale de la main (environ 10 frottements), à l'aide d'un papier vélin blanc fin, ou à l'aide d'une gomme sans abrasif. Ce traitement ne doit laisser aucune trace de salissure sur le papier, si c'est le moyen d'essai utilisé, ni enlever ou user la couche de conversion au chromate colorée jusqu'à révéler le zinc ou le cadmium sous-jacent, que l'on utilise le papier ou la gomme.

3.7 Essai de corrosion

Effectuer un essai au brouillard salin neutre selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3768.

ISO 3613:1980

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/f5d5df8f-97b1-4cd6-97c0-2faadb8de9d/iso-3613-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3613:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5d5df8f-97b1-4cd6-97c0-2faadb8de9d/iso-3613-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3613:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5d5df8f-97b1-4cd6-97c0-2faadb8de9d/iso-3613-1980>