



Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse par unité de surface — Méthodes gravimétriques

Conversion coatings on metallic materials — Determination of coating mass per unit area — Gravimetric methods

Première édition — 1980-09-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3892:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4de10e41-cc47-41b0-9570-87f9735efaa6/iso-3892-1980>

CDU 669.058 : 531.751.3

Réf. n° : ISO 3892-1980 (F)

Descripteurs : revêtement non métallique, revêtement de conversion, revêtement de chromate, revêtement de phosphate, revêtement d'oxyde, revêtement anodique, essai physique, mesurage de masse volumique, surface spécifique.

Prix basé sur 3 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 3892 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.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 3892:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4de10e41-cc47-41b0-9570-87973561ab/iso-3892-1980)

Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Espagne	Mexique	Turquie
France	Pays-Bas	URSS
Hongrie	Pologne	USA

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Afrique du Sud, Rép. d'
Suisse

Couches de conversion sur matériaux métalliques — Détermination de la masse par unité de surface — Méthodes gravimétriques

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes gravimétriques de détermination de la masse par unité de surface des couches de conversion formées sur des matériaux métalliques.

Les méthodes sont applicables aux

- couches de phosphate formées sur du fer et de l'acier;
- couches de phosphate formées sur du zinc et du cadmium;
- couches de phosphate formées sur de l'aluminium et ses alliages;
- couches de chromate formées sur du zinc et du cadmium;
- couches de chromate formées sur de l'aluminium et ses alliages.

Ces méthodes ne sont applicables qu'aux couches de conversion dénuées de tout revêtement complémentaire, tel que huile, polymères à base de solvants ou d'eau, ou cire.

2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

2.1 Récipient, en verre ou en tout autre matériau approprié, dans lequel peuvent être dissoutes les couches de conversion.

2.2 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg, pour peser les échantillons soumis à examen avant et après la dissolution des couches de conversion.

2.3 Installation électrique, pour la dissolution électrolytique, dans le cas de couches de conversion au chromate formées sur du zinc et du cadmium.

3 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent avoir une masse maximale de 200 g et une surface totale assez grande pour que la perte de masse pendant l'essai soit suffisante pour vérifier, avec une sensibilité

appropriée, la conformité aux exigences de la spécification du matériau ou du produit concerné.

Afin d'effectuer la détermination avec une exactitude convenable, la surface totale doit être conforme aux indications du tableau.

Tableau — Surface totale des éprouvettes

Masse supposée du revêtement par unité de surface	Surface totale minimale de l'éprouvette
g/m ²	cm ²
inférieure à 1	400
de 1 à 10	200
plus de 10 à 25	100
plus de 25 à 50	50
plus de 50	25

Pour obtenir une fidélité globale de 5 % (voir 5.2), la surface doit être mesurée à 1 % près.

4 Réactifs et modes opératoires

Pour la préparation des solutions, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Lorsqu'on dispose d'un nombre suffisant d'éprouvettes, effectuer chaque détermination en double ou, mieux, en triple.

4.1 Couches de conversion au phosphate formées sur du fer et de l'acier

4.1.1 Couches de conversion au phosphate de manganèse

4.1.1.1 Réactif

Solution aqueuse, contenant 50 g d'oxyde de chrome(VI) (CrO₃) par litre.

4.1.1.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire *A*) et la peser, sur la balance analytique (masse *m*₁, en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant 15 min dans le réactif (4.1.1.1)

maintenu à 75 ± 5 °C. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher rapidement et la peser de nouveau. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.1.2 Couches de conversion au phosphate de zinc

4.1.2.1 Réactif

Solution aqueuse contenant, par litre, 100 g d'hydroxyde de sodium, 90 g de sel tétrasodique dihydraté d'EDTA (acide tétraacétique d'éthylène dinitrile) et 4 g de triéthanolamine.

4.1.2.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire A) et la peser, sur la balance analytique (masse m_1 , en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant 5 min dans le réactif (4.1.2.1) maintenu à 70 ± 5 °C. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher rapidement et la peser de nouveau (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.1.3 Couches de conversion au phosphate de fer

4.1.3.1 Réactif

Solution aqueuse contenant 50 g d'oxyde de chrome(VI) (CrO_3) par litre.

4.1.3.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire A) et la peser, sur la balance analytique (masse m_1 , en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant 15 min dans le réactif (4.1.3.1) maintenu à 75 ± 5 °C. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher et la peser de nouveau. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.2 Couches de conversion au phosphate sur du zinc et du cadmium

4.2.1 Réactif

Solution contenant 20 g de dichromate d'ammonium par litre d'ammoniaque de 25 à 30 % (m/m). Pendant la préparation de la solution, la température de celle-ci ne doit pas dépasser 25 °C.

4.2.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire A) et la peser, sur la balance analytique (masse m_1 , en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant 3 à 5 min dans le réactif (4.2.1) maintenu à la température ambiante. Opérer sous une hotte. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher rapidement et la peser de nouveau (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.3 Couches de conversion au phosphate cristallisé formées sur de l'aluminium et ses alliages

4.3.1 Réactif

Solution d'acide nitrique de 65 à 70 % (m/m).

4.3.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire A) et la peser, sur la balance analytique (masse m_1 , en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette soit durant 5 min dans le réactif (4.3.1) maintenu à 75 ± 5 °C, soit durant 15 min dans ce même réactif maintenu à la température ambiante. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher rapidement et la peser de nouveau (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.4 Couches de conversion au chromate formées sur de zinc et du cadmium

4.4.1 Réactif

Solution aqueuse contenant 50 g de cyanure de sodium (ou de potassium) et 5 g d'hydroxyde de sodium par litre.

4.4.2 Mode opératoire

Sécher l'éprouvette (aire A), vieillie naturellement après chromatation durant 24 h au moins et 14 jours au plus, et la peser, sur la balance analytique (masse m_1 , en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant environ 1 min dans le réactif (4.4.1) maintenu à la température ambiante et dissoudre le revêtement par électrolyse, l'éprouvette servant de cathode. Utiliser une anode insoluble, par exemple en graphite. Introduire l'éprouvette dans le réactif et la retirer quand le courant circule. La densité du courant cathodique doit être de 15 A/dm². Après dissolution de la couche de conversion (environ 1 min), retirer l'éprouvette du réactif, la rincer immédiatement à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher et la peser de nouveau (masse m_2 , en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.5 Couches de conversion au chromate et au phosphate amorphe formées sur de l'aluminium et ses alliages

4.5.1 Couches récentes (vieillies 3 h au plus), séchées à une température inférieure à 70 °C.

4.5.1.1 Réactif

Solution contenant 1 partie en volume d'acide nitrique de 65 à 70 % (*m/m*) et 1 partie en volume d'eau.

4.5.1.2 Mode opératoire

Sécher à l'air l'éprouvette (aire *A*) et la peser, sur la balance analytique (masse *m*₁, en milligrammes), à 0,1 mg près, dans les 3 h qui suivent la chromatation. Immerger ensuite l'éprouvette durant 1 min dans le réactif (4.5.1.1) maintenu à la température ambiante. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher et la peser de nouveau (masse *m*₂, en milligrammes).

Utiliser, pour chaque éprouvette, un réactif fraîchement préparé.

4.5.2 Couches vieilles

ATTENTION — Pour appliquer cette méthode, il faut porter une visière et des habits protecteurs. Pendant la fusion du réactif, se tenir éloigné du bain en fusion jusqu'à ce que la croûte supérieure soit fondue, car le réactif peut donner des projections. Éviter le contact du réactif avec des produits organiques, car de tels mélanges risquent d'être explosifs.

4.5.2.1 Réactif

Mélange composé de 98 parties en masse de nitrate de sodium solide et de 2 parties en masse d'hydroxyde de sodium solide.

4.5.2.2 Mode opératoire

Placer le réactif (4.5.2.1) dans un récipient en matériau résistant, par exemple en nickel, et le chauffer lentement par le fond et les côtés du récipient jusqu'à ce que le mélange soit complètement fondu.

Sécher l'éprouvette (aire *A*) et la peser, sur la balance analytique (masse *m*₁, en milligrammes), à 0,1 mg près. Immerger ensuite l'éprouvette durant 2 à 5 min dans la masse fondue maintenue à 370 °C ou plus. Une température de 370 °C con-

vient pour certaines couches, mais, en général, on assurera l'enlèvement total de la couche dans tous les cas en augmentant la température jusqu'à 500 °C. Si l'on utilise des températures de décapage supérieures, il est nécessaire de déterminer la perte de masse éventuelle due à l'attaque du métal de base quand il s'agit d'aluminium ou de ses alliages, en effectuant un essai à blanc sur une éprouvette non revêtue et en levant la valeur obtenue de la perte de masse mesurée sur l'éprouvette revêtue. Rincer l'éprouvette à l'eau courante propre (**attention au risque d'éclaboussure**), l'immerger ensuite dans la solution d'acide nitrique (4.5.1.1) durant 15 à 30 s à la température ambiante. Rincer immédiatement l'éprouvette à l'eau courante propre, puis à l'eau distillée, la sécher rapidement et la peser de nouveau (masse *m*₂, en milligrammes).

5 Expression des résultats

5.1 Calcul

La masse par unité de surface, *m*_A, exprimée en grammes par mètre carré, est donnée par la formule

$$m_A = \frac{m_1 - m_2}{A} \times 10$$

où

*m*₁ est la masse, en milligrammes, de l'éprouvette munie de la couche de conversion;

*m*₂ est la masse, en milligrammes, de l'éprouvette après dissolution de la couche de conversion;

A est l'aire, en centimètres carrés, de la zone recouverte de l'éprouvette.

Si les déterminations ont été effectuées en double ou en triple, calculer la moyenne.

5.2 Fidélité

La fidélité des méthodes dépend de la précision avec laquelle on mesure la surface totale et avec laquelle on pèse les éprouvettes, c'est-à-dire de la possibilité d'effectuer les déterminations sur des surfaces totales de grandeur suffisante par rapport à la masse du dépôt. Dans les conditions optimales, la fidélité ne dépassera pas 5 %.