
Norme internationale



4969

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

Acier — Examen macroscopique par attaque aux acides minéraux forts

Steel — Macroscopic examination by etching with strong mineral acids

Première édition — 1980-02-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4969:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1d48a1/iso-4969-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1d48a1/iso-4969-1980>

CDU 669.14 : 620.183.25

Réf. n° : ISO 4969-1980 (F)

Descripteurs : acier, métallographie, attaque chimique, acide minéral, analyse macroscopique.

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 4969 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, et a été soumise aux comités membres en mai 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

		https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1433a1/iso-4969-1980
Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne, R. F.	Espagne	Pays-Bas
Australie	Finlande	Pologne
Autriche	France	Portugal
Belgique	Hongrie	Suède
Brésil	Inde	Suisse
Bulgarie	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Irlande	Turquie
Chili	Italie	URSS
Corée, Rép. dém. p. de	Japon	USA
Corée, Rép. de	Mexique	Yougoslavie
Danemark	Norvège	

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

Royaume-Uni

Acier — Examen macroscopique par attaque aux acides minéraux forts

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale établit des directives pour l'examen macroscopique de l'acier par attaque aux acides minéraux forts.

La méthode est d'une application très large. Le choix de la nature et de la concentration du réactif, de la température d'attaque et des conditions de préparation de l'éprouvette permet d'obtenir le but recherché.

NOTE — Compte tenu de sa dépendance vis-à-vis des conditions de préparation des éprouvettes et du processus d'attaque, cet examen macroscopique ne permet pas toujours de distinguer d'une part les porosités et ségrégations et d'autre part, les fissures et les alignements d'inclusions ou ségrégations.

2 Généralités

2.1 Les cas d'application de l'essai et les conditions d'interprétation des résultats observés sont affaire d'espèce : ils sont fixés par les normes de produit ou doivent faire l'objet de conventions spéciales.

2.2 L'observation de la surface attaquée est effectuée à l'œil nu ou à l'aide d'une loupe (grossissement inférieur ou égal à 10 ×).

3 Principe et but de l'essai

3.1 L'attaque macrographique aux acides minéraux forts a pour but de révéler la macrostructure d'une éprouvette métallique et de mettre en évidence les anomalies physiques ou chimiques susceptibles d'affecter son homogénéité.

3.2 Le réactif agit par une dissolution à vitesse inégale, de différentes parties de la surface métallique, et crée ainsi des différences de niveau permettant l'observation.

3.3 L'examen macroscopique par attaque aux acides minéraux révèle les hétérogénéités chimiques (ségrégations), les hétérogénéités physiques (fissures, porosités) et éventuellement certaines hétérogénéités structurales intentionnelles ou accidentelles, telles que celles occasionnées, par exemple, par un traitement de trempe, décarburation et cémentation.

ment certaines hétérogénéités structurales intentionnelles ou accidentelles, telles que celles occasionnées, par exemple, par un traitement de trempe, décarburation et cémentation.

3.4 De plus, une très grande sensibilité d'attaque peut être obtenue en ajustant les conditions de préparation et d'attaque. Il est possible, par exemple, de révéler la structure dendritique d'un métal ou de mettre en évidence la présence d'inclusions ou de défauts de très petite dimension.

4 Réactifs

La liste des réactifs donnée ci-après n'est pas limitative. Ces réactifs sont utilisés avec succès pour la plupart des examens courants et pour une gamme étendue de nuances d'acier (attaques chlorhydrique et sulfurique). L'attaque à l'eau régale est utilisée dans le cas des aciers spéciaux résistant aux attaques par les précédents réactifs.

En outre, suivant le but recherché, on peut faire varier la nature et la concentration de l'acide utilisé tout autant que la température et la durée d'attaque. Pour des examens très fins, il peut être fait appel à des solutions nitriques à faible concentration, utilisées à froid, voisines des réactifs utilisés pour les essais micrographiques.

4.1 Acide chlorhydrique, solution diluée de composition volumétrique suivante :

HCl (ρ_{20} 1,19 g/ml) : 1 volume

H₂O : 1 volume

Cette solution est utilisée à chaud (60 à 80 °C).

4.2 Acide sulfurique, solution diluée de composition volumétrique suivante :

H₂SO₄ (ρ_{20} 1,84 g/ml) : 15 volumes

H₂O : 85 volumes

Cette solution peut être utilisée à froid ou à chaud (60 à 80 °C).

4.3 Acides sulfo-chlorhydrique, solution de composition volumétrique suivante :

HCl (ρ_{20} 1,19 g/ml)	: 38 volumes
H ₂ SO ₄ (ρ_{20} 1,84 g/ml)	: 12 volumes
H ₂ O	: 50 volumes

Cette solution est utilisée à chaud (60 à 80 °C).

4.4 Eau régale, solution de composition volumétrique suivante :

HCl (ρ_{20} 1,19 g/ml)	: 3 volumes
HNO ₃ (ρ_{20} 1,33 g/ml)	: 1 volume

Cette solution peut être utilisée à froid ou jusqu'à 40 °C.

5 Éprouvettes

L'essai peut être appliqué aussi bien aux produits qu'aux éprouvettes prélevées sur produit. Ces éprouvettes sont constituées le plus généralement par une coupe perpendiculaire au sens de laminage dans le cas de produits tels que barres, billetes, ronds, etc, ou par une surface convenablement choisie par accord entre les parties intéressées.

5.1 Prélèvement

À défaut de prescriptions dans les normes de produit, le nombre et l'emplacement des surfaces examinées doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Il convient en particulier de situer les plans de prélèvement des éprouvettes suffisamment loin des découpes lorsque celles-ci ont été faites :

- par cisailage à chaud, qui déforme les fibres ainsi que les inclusions et peut fortement excentrer les noyaux de ségrégation;
- par oxy-coupage qui, sur des aciers durs, peut produire une trempe locale ou des tapures ou un revenu local.

5.2 Usinage

5.2.1 Le degré de préparation nécessaire de la surface est fonction de la précision que l'on recherche dans l'examen macroscopique par attaque acide.

Si un usinage grossier peut suffire dans certains cas (contrôle courant pour mise en évidence de retassure par exemple), un usinage plus soigné est nécessaire en général.

Les critères à respecter lors de l'usinage sont :

- que l'outil ne laisse pas de relief trop prononcé, par exemple à la suite d'un mauvais réglage, de passes trop profondes ou d'avances trop grandes au tour ou à l'étau limeur;

en général, une avance de l'outil d'environ 0,1 mm donne de bons résultats;

b) qu'il y ait le moins possible d'érouissage superficiel dû par exemple :

- à un type d'outil mal adapté à la nature du métal à usiner ou mal affûté,
- à l'emploi de meules à grain grossier (inférieur à 100).

5.2.2 Les principaux types d'usinage, usuellement utilisés sont :

- la rectification à la meule avec ou sans dressage préalable,
- le dressage à l'étau limeur ou au tour, sous réserve que ce dernier soit équipé d'un variateur de vitesse.

5.2.3 Dans le cas où l'attaque acide est utilisée pour la mise en évidence de défauts très fins ou des hétérogénéités structurales (différentes zones d'une soudure par exemple), un polissage soigné est recommandé. En effet, la définition sera d'autant meilleure que le polissage aura été plus fin. En général, il est conseillé d'obtenir, après usinage, un fini de surface ayant un R_a compris entre 3,5 et 30 μm .

ISO 4969:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/776901619-a5c7-4a46-b1d48a1/iso-4969-1980>

6 Mode opératoire

6.1 Immerger les éprouvettes dans le bain d'attaque, éventuellement chauffé. Pour les éprouvettes de grande dimension, il peut être intéressant de les préchauffer à la température du bain.

Le volume du bain doit être suffisant : au minimum de l'ordre de 1 litre de réactif par décimètre carré de surface d'éprouvette. De plus, le bain doit être suffisamment profond pour que la hauteur du liquide couvrant la face supérieure de l'éprouvette soit d'au moins 25 mm.

Lors de l'attaque de plusieurs éprouvettes dans le même bain, s'assurer qu'il n'y a aucun contact entre elles. L'établissement de couples galvaniques peut donner lieu à une attaque inégale et trompeuse.

Dans le cas de pièces ou d'éprouvettes de dimensions importantes ne pouvant être immergées, verser la solution d'attaque sur la surface faisant l'objet de l'examen. Veiller à ce que l'arrosage assure une répartition homogène et constante du réactif sur la surface.

Renouveler le réactif dès que sa concentration a diminué d'environ 10 %.

6.2 Pour chaque type de réactif, la durée d'attaque varie avec la température d'essai, la nuance d'acier et même la nature de l'examen. Il est préférable que l'attaque soit confiée à un opérateur averti qui surveille son évolution et l'arrête lorsqu'elle lui semble suffisante.

Une attaque brutale conduit en effet à des reliefs plus accentués, d'interprétation difficile.

À titre indicatif, il est possible de donner quelques durées approximatives d'attaque :

- en utilisant de l'acide chlorhydrique (4.1), de 60 à 80 °C : environ 30 min
- en utilisant de l'acide sulfurique (4.2),
 - à froid : environ 10 h
 - de 60 à 80 °C : environ 30 min
- en utilisant de l'acide sulfo-chlorhydrique (4.3), de 60 à 80 °C : environ 30 min
- en utilisant de l'eau régale (4.4),
 - à froid : environ 30 min
 - jusqu'à 40 °C : quelques minutes.

6.3 Lorsque l'attaque est jugée satisfaisante, sortir les éprouvettes du bain, les laver à l'eau courante, les brosser soigneusement (avec une brosse non métallique) afin d'éliminer tous les résidus d'attaque et les sécher.

7 Conservation des éprouvettes

Afin d'éviter une corrosion ultérieure de la surface des éprouvettes par ressuage du réactif d'attaque, qu'il est parfois diffi-

cile d'éliminer complètement au cours du rinçage, deux techniques sont recommandées :

- a) neutralisation au trempé dans une solution à 10 % d'ammoniaque dans l'alcool;
- b) passivation par immersion de courte durée (5 s environ), dans l'acide nitrique concentré. (Un avantage supplémentaire de la passivation est de blanchir la surface attaquée et de protéger dans une certaine mesure contre la corrosion atmosphérique). Après passivation, les éprouvettes devraient être rincées à l'eau chaude, brossées et séchées.

Ces deux techniques ne permettent toutefois qu'une conservation de durée limitée. Si l'on désire une conservation de longue durée, il est nécessaire de protéger les surfaces attaquées à l'aide d'une pellicule plastique ou d'un vernis cellulosique incolore, ou de tout autre produit analogue.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la nuance de l'acier examiné;
- b) le numéro de coulée;
- c) l'emplacement de la surface examinée;
- d) la nature de l'attaque;
- e) le résultat d'essai (description de la surface attaquée ou photographie).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4969:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1d48a1/iso-4969-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4969:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1d48a1/iso-4969-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4969:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e87c776b-18d0-4519-a5c7-6add0b1d48a1/iso-4969-1980>