

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
9400

Première édition  
1990-12-01

---

---

**Alliages à base de nickel — Détermination de la  
résistance à la corrosion intergranulaire**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

*Nickel-based alloys — Determination of resistance to intergranular  
corrosion*

ISO 9400:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f7efcf4-cf3c-4068-ad8b-6b4ba4cf0b79/iso-9400-1990>



Numéro de référence  
ISO 9400:1990(F)

## 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 9400 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITC STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 9400:1990  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/917c1c14-cf3c-4068-ad8b-6b4ba4cf0b79/iso-9400-1990>

© ISO 1990

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

# Alliages à base de nickel — Détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire

## Section 1: Généralités

### 1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit quatre méthodes pour la détermination de la sensibilité des alliages à base de nickel à la corrosion intergranulaire.

Ces méthodes ne sont utilisables qu'en laboratoire, et il n'est pas possible d'établir une corrélation directe avec la corrosion intergranulaire en service normal, à moins que le milieu ambiant en service ne soit le même qu'en essai.

Les méthodes couvertes sont les suivantes:

- **Méthode A:** Essai au sulfate de fer(III) et à l'acide sulfurique (section 2).
- **Méthode B:** Essai au cuivre, au sulfate de cuivre et à l'acide sulfurique à 16 % (section 3).
- **Méthode C:** Essai à l'acide chlorhydrique (section 4).
- **Méthode D:** Essai à l'aide nitrique (section 5).

La méthode la meilleure à utiliser pour un alliage donné, le choix du traitement de sensibilisation et les critères de réception utilisés pour l'évaluation quelle qu'elle soit, doivent être convenus entre l'acheteur et le vendeur de l'alliage. Les méthodes prescrites dans la présente Norme internationale, à titre indicatif, sont applicables aux alliages à base de nickel employés en milieu corrosif, énumérés dans ISO 6207[1].

### 1.2 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**alliage à base de nickel:** Alliage renfermant du nickel comme élément d'alliage prédominant.

NOTE 1 Cette définition est cohérente avec celle donnée dans l'ISO 6372-1[2].

### 1.3 Appareillage

L'appareillage recommandé est représenté à la figure 1. On n'a pas à utiliser de réfrigérant à immersion du type doigt réfrigérant avec des fioles coniques normalisées, sauf dans la méthode D.

Les éléments suivants sont nécessaires.

**1.3.1 Réfrigérant d'Allihn à quatre boules ou de Soxhlet,** à joint en verre rodé 45/50.

**1.3.2 Fiole conique,** de 1 dm<sup>3</sup> de capacité, à joint en verre rodé 45/50.

NOTE 2 Il est admis d'utiliser un ballon avec jaquette chauffante.

**1.3.3 Berceau en verre,** ou système équivalent de support des éprouvettes, du type crochets ou étriers en verre. Il convient que le berceau soit percé de trois ou quatre trous pour améliorer la circulation de la solution d'essai autour de l'éprouvette (voir figure 1).

**1.3.4 Grains de ponce,** pour régulariser l'ébullition et éviter les débordements.

Pour la méthode A, les grains de ponce doivent être en alundum pur.

**1.3.5 Graisse aux silicones**, pour lubrifier le joint en verre rodé entre le réfrigérant et la fiole.

Un manchon en PTFE peut également être utilisé pour le joint.

**1.3.6 Système de chauffage**, du type plaque chauffante électrique, pour maintenir la solution d'essai en ébullition continue.

**1.3.7 Balance analytique**, précise à 1 mg (si l'on doit déterminer la perte de masse).

**1.3.8 Microscope stéréoscopique**, ayant un grossissement de  $\times 5$  à  $\times 20$ , avec une bonne source d'éclairage, pour examiner les éprouvettes soumises à l'essai (pour la méthode B).

## 1.4 Préparation des éprouvettes

Les prescriptions suivantes concernant la préparation des éprouvettes sont communes à toutes les quatre méthodes. Les ajouts éventuels sont indiqués, si besoin est, dans la section décrivant la méthode particulière.

Il est recommandé d'utiliser une éprouvette ayant une superficie totale de 20 cm<sup>2</sup> à 30 cm<sup>2</sup>. Il convient de découper les éprouvettes soudées de sorte qu'une largeur de 13 mm au plus de métal de base non affecté thermiquement soit incluse dans la zone située de part et d'autre de la soudure et de la zone de transformation.

L'objectif est d'essayer des éprouvettes aussi représentatives que possible de la surface du maté-

Dimensions en millimètres

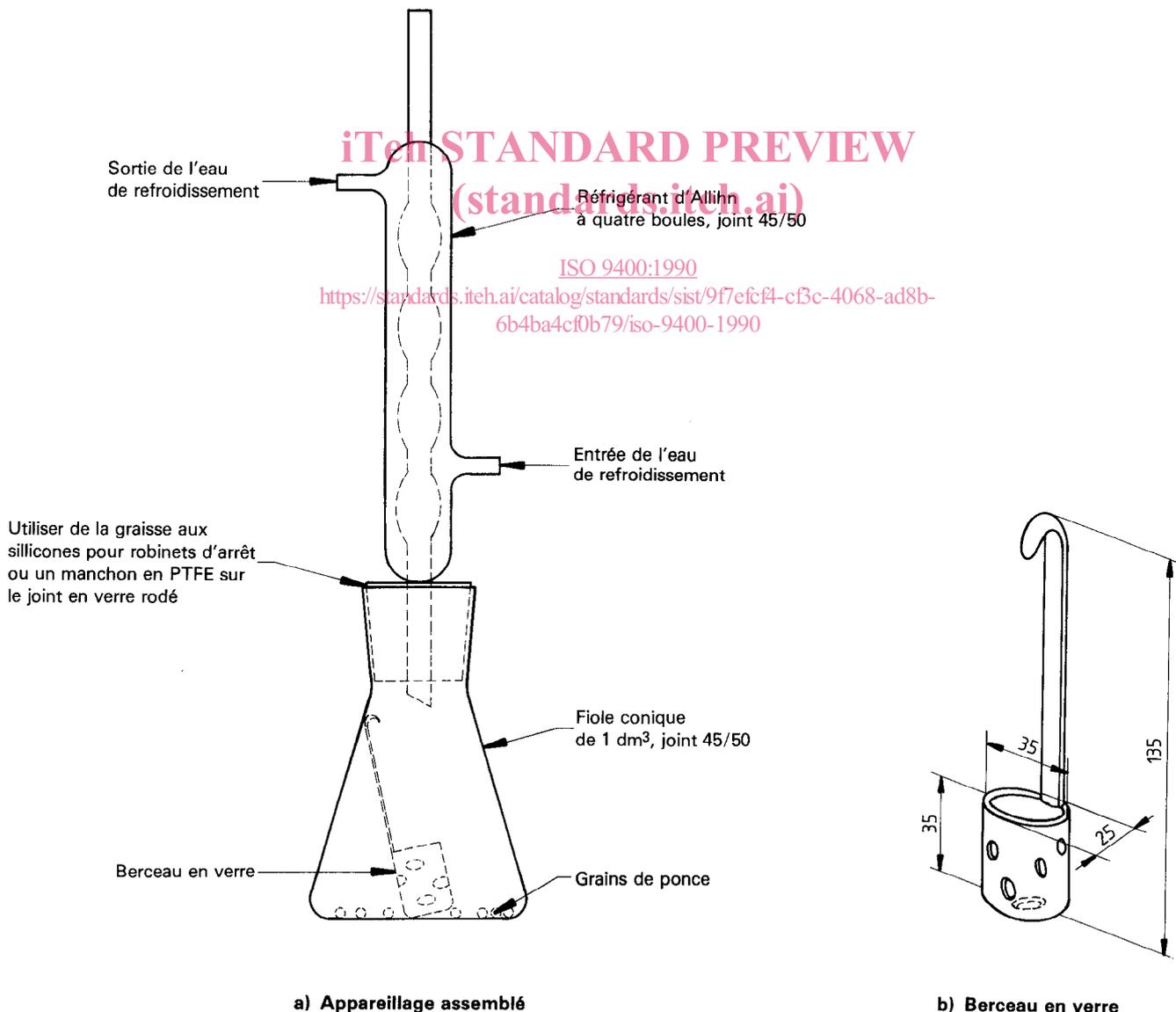


Figure 1 — Appareillage recommandé

riau utilisé en service. Il est de règle que la finition superficielle n'aille pas au-delà de l'élimination des matières étrangères et donne un fini uniforme normal, représentatif de la surface tout en conservant assez de superficie pour que l'essai puisse avoir lieu commodément. Dans les conditions normales, l'enlèvement excessif de matière n'a que peu d'influence sur les résultats des essais. Mais dans certains cas de carburation superficielle (que l'on peut rencontrer, par exemple, sur des tubes lubrifiés à l'aide de produits bitumineux), l'enlèvement de la couche carburée ne peut se faire que par un meulage ou un usinage poussé. Un tel traitement n'est pas admis pour les éprouvettes non carburées, sauf si l'essai veut démontrer un effet de surface particulier. Sur les éprouvettes découpées à la cisaille, l'essai doit être précédé d'une élimination du métal déformé par meulage ou usinage.

Avant l'essai, les éprouvettes doivent être dégraissées à l'aide d'un solvant ne contenant pas de chlore et soumises à un rinçage.

## 1.5 Sensibilisation des éprouvettes

**1.5.1** Les éprouvettes devant recevoir un traitement thermique avant l'essai doivent être débarrassées des matières bitumineuses avant tout traitement. Si ce n'est pas fait, la carburation peut donner des résultats erronés. Un léger meulage su-

perficiel, ou une attaque à l'acide suivie d'un lavage et d'un rinçage au solvant non chloré devrait donner une surface propre. Il est conseillé de tester l'effet du bain acide sur l'éprouvette avant d'exposer celle-ci aux conditions d'environnement.

**1.5.2** Les éprouvettes d'alliages devant subir un traitement de sensibilisation avant l'essai doivent être placées dans un four à la température requise pendant la durée requise, puis être trempées à l'eau. L'usage d'un traitement de sensibilisation doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

**1.5.3** Les éprouvettes d'alliages ne devant pas subir de traitement de sensibilisation doivent être essayées dans des conditions simulant l'usage final. Les éprouvettes de matériaux devant être soudées ou subir un traitement thermique doivent être soudées ou traitées quasi de la même manière que le matériau en fabrication ou en service. Le traitement spécifique doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

ISO 9400:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f7efcf4-cf3c-4068-ad8b-6b4ba4cf0b79/iso-9400-1990>

## Section 2: Méthode A — Essai au sulfate de fer(III) et à l'acide sulfurique

### 2.1 Domaine d'application

La présente section décrit le mode opératoire à suivre pour réaliser l'essai dans le mélange bouillant de sulfate de fer(III) et d'acide sulfurique permettant de déterminer la sensibilité des alliages à base de nickel à la corrosion intergranulaire.

### 2.2 Solution d'essai au sulfate de fer(III) et à l'acide sulfurique

Préparer comme suit 600 cm<sup>3</sup> de solution d'essai.

Mesurer 400 cm<sup>3</sup> d'eau distillée dans une éprouvette graduée de 500 cm<sup>3</sup> et les verser dans la fiole conique (1.3.2).

Mesurer 236 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique à 95 — 98 % (m/m) de qualité pour réactif dans une éprouvette graduée de 250 cm<sup>3</sup>. Ajouter lentement l'acide à l'eau contenue dans la fiole conique pour éviter que la chaleur dégagée ne provoque une ébullition. (La perte de vapeur d'eau augmente la concentration de l'acide.)

Peser 25 g de sulfate de fer(III) nonahydraté [Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O, contenant environ 75 % de Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>] et les ajouter à la solution d'acide sulfurique. On peut utiliser une balance à dé clic.

Verser dans la fiole plusieurs grains de ponce (1.3.4) facilitant l'ébullition.

Lubrifier le joint rodé avec de la graisse aux silicofones (1.3.5).

Adapter la fiole au réfrigérant (1.3.1) et faire circuler l'eau de refroidissement.

Porter la solution à ébullition et l'y maintenir jusqu'à mise en solution de tout le sulfate de fer(III).

### 2.3 Préparation des éprouvettes

Voir article 1.4.

### 2.4 Mode opératoire

Mesurer les dimensions de l'éprouvette à 0,5 mm près, y compris les dimensions intérieures des trous éventuels, et calculer la superficie totale exposée.

Dégraissier l'éprouvette à l'aide d'un solvant non chloré, la sécher, puis la peser à 1 mg près.

Placer l'éprouvette dans un berceau en verre (1.3.3) et la plonger dans la solution d'essai bouillante (article 2.2).

Il est préférable d'essayer une seule éprouvette par fiole, mais il est possible d'essayer simultanément plusieurs éprouvettes. Leur nombre n'est limité que par le nombre de berceaux en verre pouvant être logés dans la fiole (en règle générale trois ou quatre). En aucun cas, des alliages différents ne doivent être essayés ensemble. Chaque éprouvette doit être placée dans un berceau séparé pour ne pas toucher les autres éprouvettes.

Repérer le niveau du liquide dans la fiole avec un marqueur résistant à chaud pour permettre de vérifier la fuite de vapeur. En cas de changement notable du niveau, répéter l'essai en utilisant la solution fraîche et une nouvelle éprouvette.

Prolonger l'immersion de l'éprouvette pendant 24 h ou 120 h, puis l'enlever de la solution, la rincer à l'eau et à l'acétone, et la sécher. Pour les alliages contenant moins de 18 % de chrome, le temps normal d'exposition est de 24 h. Pour les alliages contenant plus de 18 % de chrome, il est de 120 h.

Peser l'éprouvette et soustraire sa masse de la masse initiale.

#### NOTES

3 Aucune pesée intermédiaire n'est en général nécessaire. Les essais peuvent se dérouler sans interruption, mais si des résultats intermédiaires sont souhaités, on peut retirer l'éprouvette à n'importe quel moment pour la peser.

4 Il n'est pas nécessaire de modifier la solution d'essai pendant la période d'essai.

5 On peut avoir à ajouter un inhibiteur au sulfate de fer(III) pendant l'essai si la vitesse de corrosion, mise en évidence par le changement de couleur de la solution, est extrêmement élevée. Davantage de sulfate de fer(III) est à ajouter si la perte de masse totale de toutes les éprouvettes dépasse 2 g [pendant l'essai, le sulfate de fer(III) se consomme à un taux d'environ 10 g pour chaque gramme de métal mis en solution].

6 Pendant l'essai, il se produit un dépôt d'oxydes de fer sur la partie supérieure de la fiole conique. Ce dépôt peut être éliminé facilement, en fin d'essai, en faisant bouillir dans la fiole une solution d'acide chlorhydrique à 10 % (m/m).

### 2.5 Évaluation

2.5.1 On peut mesurer l'effet de la solution d'essai sur le matériau en déterminant la perte de masse de l'éprouvette. Calculer la vitesse de corrosion comme suit:

$$\text{vitesse de corrosion} = \frac{k \times \Delta m}{A \times t \times \rho}$$

où

- $k$  est une constante (voir note 7);
- $t$  est le temps d'exploitation, en heures;
- $A$  est la superficie exposée, en centimètres carrés, de l'éprouvette;
- $\Delta m$  est la perte de masse, en grammes;
- $\rho$  est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de l'éprouvette.

NOTE 7 En utilisant pour  $t$ ,  $A$ ,  $\Delta m$  et  $\rho$ , les unités indiquées ci-dessus, on peut calculer la vitesse de corrosion en différents types d'unités à l'aide d'une valeur appropriée de  $k$ :

Unité de vitesse de corrosion souhaitée	Valeur de $k$ à utiliser
mils [milli-inches] par année (mpy)	$3,45 \times 10^6$

inches par année (ipy)	$3,45 \times 10^3$
inches par mois (ipm)	$2,85 \times 10^2$
millimètres par année (mm/y)	$8,76 \times 10^4$
micromètres par année ( $\mu\text{m}/\text{y}$ )	$8,76 \times 10^7$
picomètres par seconde (pm/s)	$2,78 \times 10^6$

**2.5.2** La présence de corrosion intergranulaire est généralement détectée par comparaison de la vitesse de corrosion calculée à la vitesse de corrosion d'un matériau correctement recuit. Même en l'absence de corrosion intergranulaire, la vitesse de corrosion générale ou à la surface du grain d'un matériau correctement recuit varie d'un alliage à l'autre. La vitesse de corrosion jugée acceptable doit être convenue entre l'acheteur et le vendeur.

**2.5.3** En variante ou en supplément du calcul de la vitesse de corrosion à partir de la perte de masse, on peut procéder à un examen métallographique pour évaluer le degré de corrosion intergranulaire. La profondeur d'attaque jugée acceptable doit être convenue entre l'acheteur et le vendeur.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9400:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f7efcf4-cf3c-4068-ad8b-6b4ba4cf0b79/iso-9400-1990>

## Section 3: Méthode B — Essai au cuivre, au sulfate de cuivre et à l'acide sulfurique à 16 %

### 3.1 Domaine d'application

**3.1.1** La présente section décrit le mode opératoire à suivre pour réaliser l'essai au mélange de cuivre, de sulfate de cuivre et d'acide sulfurique à 16 %, permettant de déterminer la sensibilité de certains alliages à base de nickel à la corrosion intergranulaire. Cet essai permet de détecter la sensibilité à l'attaque intergranulaire associée à la précipitation des carbures ou nitrures de chrome.

**3.1.2** Cet essai peut servir à évaluer le traitement thermique selon le matériau à l'état de réception. Il peut également servir à évaluer l'efficacité des ajouts d'éléments stabilisateurs (Nb, Ti, etc.) servant à combler les interstices et contribuant à la résistance à la corrosion intergranulaire. Il peut être appliqué à tous les produits corroyés et au métal de soudure.

**3.1.3** Cet essai ne permet pas de détecter la sensibilité associée à la phase chi, à la phase sigma ou aux carbures ou nitrures de titane. Pour détecter la sensibilité dans des environnements reconnus pour provoquer la corrosion intergranulaire à cause de ces phases, utiliser la méthode D.

### 3.2 Solution d'essai au sulfate de cuivre acidifié

Mettre en solution 100 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans 700  $\text{cm}^3$  d'eau distillée, ajouter 100  $\text{cm}^3$  d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , de qualité pour réactif,  $\rho$  1,84  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) et diluer à 1000  $\text{cm}^3$  avec de l'eau distillée. La solution contient environ 6 % (m/m) de sulfate de cuivre(II) anhydre ( $\text{CuSO}_4$ ) et 16 % (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

### 3.3 Cuivre

On peut utiliser de la grenaille ou des tournures de cuivre de qualité électrolytique. La grenaille est préférable pour sa facilité d'emploi avant et après l'essai.

La grenaille ou les tournures de cuivre peuvent être réutilisées si elles sont nettoyées à l'eau chaude après chaque essai.

### 3.4 Préparation des éprouvettes

Voir article 1.4.

L'évaluation étant faite par pliage, l'éprouvette doit être de forme permettant son pliage, face d'origine sur l'extérieur du pli.

### 3.5 Mode opératoire

Le volume de solution d'essai (article 3.2) utilisé doit être suffisant pour recouvrir complètement l'éprouvette ou les éprouvettes et donner un rapport du volume de solution à la superficie totale d'éprouvette(s) de 8  $\text{cm}^3/\text{cm}^2$ .

Trois éprouvettes au maximum peuvent être essayées dans la même fiole pourvu que toutes les éprouvettes soient de la même qualité et que le rapport du volume de solution à la superficie totale des éprouvettes demeure le même.

Plonger l'éprouvette ou les éprouvettes dans la solution d'essai. Une quantité suffisante de grenaille ou de tournures de cuivre (article 3.3) doit être utilisée pour couvrir toute la surface de l'éprouvette, que celle-ci soit placée dans un berceau aéré ou enfoncée dans une couche de grenaille ou de tournures de cuivre au fond de la fiole. La quantité de cuivre utilisée n'a pas d'importance pourvu que l'on ait du cuivre métallique en excès.

Porter la solution à ébullition et l'y maintenir pendant toute la durée de l'essai. Commencer à chronométrer la durée de l'essai quand la solution atteint son point d'ébullition.

Repérer le niveau du liquide dans la fiole avec un marqueur résistant à chaud pour permettre de vérifier la fuite de vapeur. En cas de changement notable du niveau, répéter l'essai en utilisant la solution fraîche et une nouvelle éprouvette.

**NOTE 8** Il convient de prendre des mesures pour réduire les débordements de solution lorsque les éprouvettes sont placées dans des berceaux en verre. La solution pratique est de placer une petite quantité de grenaille de cuivre (8 à 10 morceaux) au fond de la fiole.

L'essai dure en général 24 h. Néanmoins, des périodes plus longues sont utilisables, auquel cas le temps d'exposition doit être indiqué dans le rapport d'essai. Il n'est pas nécessaire de renouveler la solution d'essai si la durée de l'essai ne dépasse pas 72 h. (Si du cuivre demeure collé sur l'éprouvette, on peut l'enlever par brève immersion dans de l'acide nitrique concentré à température ambiante, puis rinçage de l'éprouvette à l'eau et enfin séchage.)

### 3.6 Évaluation

**3.6.1** L'éprouvette doit être pliée à 180° sur un mandrin de rayon égal au double de son épaisseur. En aucun cas, le rayon de pliage ne doit être plus petit ou plus grand que le rayon indiqué dans la spécification du produit. Si le matériau présente une faible ductilité, comme c'est le cas pour les matériaux fortement écrouis, il peut s'avérer impossible de plier à 180°. On doit déterminer l'angle maximal de pliage sans fissuration du matériau sur une éprouvette de même configuration que l'éprouvette à essayer.

Les éprouvettes soudées doivent être essayées de manière à mettre sous contrainte la soudure et la zone de transformation.

Les éprouvettes usinées dans des profilés épais doivent avoir la surface d'origine sur l'extérieur du pli.

**3.6.2** Dans le cas de tubes de diamètre extérieur inférieur ou égal à 40 mm, l'éprouvette doit être aplatie. La distance entre plateaux, après aplatissage, mesurée sous charge, ne doit pas être supérieure à la valeur  $H$  suivante, en millimètres:

$$H = \frac{1,09D\delta}{0,09D + \delta}$$

où

$\delta$  est l'épaisseur de paroi prescrite, en millimètres;

$D$  est le diamètre extérieur, en millimètres, du tube.

Dans le cas de tubes soudés, la soudure doit se trouver au point d'aplatissement maximal.

**3.6.3** L'éprouvette pliée ou aplatie doit être examinée à l'aide du microscope stéréoscopique (1.3.8). La présence de fissures ou de criques est le signe d'une corrosion intergranulaire. Il convient de ne pas tenir compte des fissures apparaissant au bord de l'éprouvette, de même que des déformations non accompagnées de fissures ou de criques.

**3.6.4** En cas de doute sur une évaluation ou en variante à 3.6.3, la présence ou l'absence de corrosion intergranulaire doit être jugée par un examen métallographique de l'éprouvette.

NOTE 9 Les fissures soupçonnées d'être le résultat d'une mauvaise ductibilité peuvent être vérifiées par pliage d'une éprouvette similaire n'ayant pas séjourné dans la solution d'essai bouillante. Il convient d'effectuer une comparaison visuelle entre l'éprouvette exposée et l'éprouvette non exposée pour faciliter l'interprétation.

ISO 9400:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f7efcf4-cf3c-4068-ad8b-6b4ba4cf0b79/iso-9400-1990>