

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9591

Première édition
1992-02-15

**Corrosion des alliages d'aluminium —
Détermination de la résistance à la corrosion
fissurante sous contrainte**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai) *Corrosion of aluminium alloys — Determination of resistance to stress corrosion cracking*

ISO 9591:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/772a414d-3650-43ce-8dc5-1d3218c00983/iso-9591-1992>



Numéro de référence
ISO 9591:1992(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 9591 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*. [ISO 9591:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/772a414d-3650-43ce-8dc5-1d1018-0098?cs=9591_1992)

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© 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

Corrosion des alliages d'aluminium — Détermination de la résistance à la corrosion fissurante sous contrainte

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la résistance à la corrosion fissurante sous contrainte (SCC) des alliages d'aluminium.

1.2 La présente Norme internationale traite de la méthode d'échantillonnage, des divers types d'échantillons, de la procédure de charge, du type d'environnement et de l'interprétation des résultats.

1.3 La présente Norme internationale vise à déterminer la résistance à la corrosion fissurante sous contrainte en fonction de la composition chimique de la méthode de fabrication et du traitement thermique des alliages d'aluminium.

1.4 La présente Norme internationale est applicable aux alliages d'aluminium moulés et corroyés, sous forme de pièces moulées, de demi-produits, de pièces et de constructions soudées.

1.5 La plupart des milieux environnants naturels et beaucoup de milieux environnants artificiels contenant des chlorures, la présente Norme internationale peut être utilisée pour comparer les performances de produits utilisés dans des atmosphères marines et dans des milieux environnants contenant des chlorures, à condition que le mécanisme de rupture ne soit pas modifié. Les résultats de cet essai ne doivent cependant pas être considérés comme critère absolu de qualité des alliages.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 7539-1:1987, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 1: Guide général des méthodes d'essai.*

ISO 7539-2:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 2: Préparation et utilisation des éprouvettes pour essais en flexion.*

ISO 7539-3:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 3: Préparation et utilisation des éprouvettes cintrées en U.*

ISO 7539-4:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 4: Préparation et utilisation des éprouvettes pour essais en traction uniaxiale.*

ISO 7539-5:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 5: Préparation et utilisation des éprouvettes en forme d'anneau en C.*

ISO 7539-6:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 6: Préparation et utilisation des éprouvettes pré-fissurées.*

ISO 7539-7:1989, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 7: Essais à faible vitesse de déformation.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 7539-1 s'appliquent.

4 Considérations générales

4.1 La présente Norme internationale prescrit deux modes de mise en charge:

- sous déformation totale constante;
- sous charge constante.

Elle ne traite pas des méthodes d'essai à faible vitesse de déformation et de la détermination de la contrainte maximale admissible par la méthode de mesure des charges de rupture résiduelles des alliages d'aluminium, bien qu'un effort soit actuellement fait pour appliquer de telles méthodes à ces alliages (voir ISO 7539-7).

4.2 La présente Norme internationale prescrit deux méthodes d'immersion dans la solution:

- immersion alternée;
- immersion continue (sous réserve de l'accord des parties intéressées).

4.3 Les critères d'évaluation de la corrosion fissurante sous contrainte des alliages d'aluminium sont

σ_{SCC}	le seuil de contrainte, c'est-à-dire la contrainte maximale sous laquelle ne se produit aucune rupture des échantillons pendant la durée prescrite de l'essai;
τ_{SCC}	la durée d'amorçage de la fissuration, c'est-à-dire la période s'écoulant jusqu'à l'apparition de la première fissure visible (à l'œil nu ou sous un grossissement maximal de $\times 30$) pendant un essai sous déformation constante.

4.4 Il convient que le choix de la méthode de mise sous contrainte, de la valeur des contraintes, du milieu corrosif et des critères d'évaluation soit fait par accord entre les parties intéressées et soit défini dans le programme d'essai.

5 Appareillage et matériaux

5.1 Appareils de mise en charge

Les efforts de traction auxquels sont soumises les éprouvettes sont exercés par des montages, des boulons, des ressorts, des dispositifs à levier et des machines d'essai spécialisées.

5.2 Matériaux de construction

Lorsqu'ils sont en contact avec la solution saline, ils ne doivent pas être altérés par le milieu corrosif ni

contaminer la solution ou modifier son pouvoir corrosif.

5.2.1 Il est recommandé, dans la mesure du possible, d'utiliser un plastique inerte ou du verre.

5.2.2 Il convient que les éléments métalliques en contact avec la solution soient en alliages résistant à la corrosion (par exemple titane ou acier inoxydable), ou protégés par un revêtement anticorrosion qui réponde aux prescriptions de 5.2.

5.3 Supports d'éprouvettes

Il est de règle qu'ils assurent l'isolation électrique des éprouvettes les unes des autres et par rapport aux parties métalliques nues. Lorsque cela n'est pas faisable, comme dans le cas de certains boulons de contrainte ou de bâtis de fixation, il convient que le métal nu au contact de l'éprouvette soit isolé du milieu corrosif par un revêtement approprié. Il y a lieu que les revêtements protecteurs ne laissent pas échapper par lixiviation d'ions inhibiteurs ou accélérateurs ou d'huiles protectrices, ni ne laissent aucun résidu, par exemple de la vapeur, sur les parties non revêtues de l'éprouvette. Il faut éviter tout particulièrement les revêtements contenant des chromates. Il est recommandé que tous les échantillons soient dégraissés après revêtement.

5.4 Appareils d'immersion alternée dans les solutions

5.4.1 Tout appareil peut être utilisé pour accomplir la partie immersion du cycle d'essai pourvu

- a) qu'il respecte les périodes d'immersion et d'émersion;
- b) qu'il soit construit en matériaux inertes appropriés.

Les modes habituels d'immersion alternée sont les suivants:

- a) les éprouvettes sont placées sur un ratelier mobile qui plonge par intervalles dans un réservoir stationnaire rempli de solution;
- b) les éprouvettes sont placées sur une roue d'essai de corrosion qui tourne de 60° toutes les 10 min et plonge ainsi les éprouvettes dans la solution contenue dans un réservoir stationnaire;
- c) les éprouvettes sont placées dans un plateau fixe, ouvert à l'atmosphère et la solution est transférée du réservoir dans le plateau par pression d'air, par pompage à l'aide d'une pompe non métallique ou par gravité.

5.4.2 Il convient que l'immersion des éprouvettes dans la solution et leur retrait soient faits aussi vite que possible mais sans secousses. Aux fins de normalisation, une limite arbitraire doit être adoptée: pas plus de 2 min ne doivent s'écouler entre le début et la fin de l'immersion (ou de l'émergence) de l'éprouvette.

6 Échantillonnage

6.1 En règle générale, la présente Norme internationale prescrit trois orientations de prélèvement d'éprouvettes sur les produits épais, et deux sur les produits minces. Un schéma correspondant est donné à la figure 1. Sur la figure 1a), la première direction se réfère à l'axe de l'éprouvette, la seconde au sens de propagation de la fissure.

6.2 Sauf prescription contraire, il convient d'effectuer les essais dans le sens travers court (S) pour les produits épais et dans le sens travers long (T) pour les produits minces. Sur les profilés laminés ou filés de section approximativement ronde ou carrée, il y a lieu que les éprouvettes soient orientées dans le sens (diamétral) travers.

Pour les pièces forgées et, plus généralement, les pièces dont la structure n'est pas évidente, il est recommandé de déterminer l'orientation des grains par attaque macrographique ou coupe métallographique afin de choisir la direction de plus grande sensibilité à la corrosion fissurante (travers court ou travers long) (voir annexe A).

6.3 Il est de règle que le nombre d'éprouvettes à soumettre aux essais soit convenu entre les parties intéressées; mais, pour chaque cas à un même niveau de contrainte, il est recommandé que les essais portent sur au moins quatre éprouvettes, et à différents niveaux de contrainte, sur au moins trois éprouvettes.

7 Éprouvettes

7.1 Types et dimensions

On peut utiliser les éprouvettes définies dans l'ISO 7539-2 à l'ISO 7539-6.

7.1.1 Pour les produits épais, par exemple tôles fortes et pièces forgées, on peut utiliser des éprouvettes de traction, des éprouvettes en forme d'anneau en C ou des éprouvettes de flexion.

7.1.2 Pour les produits minces, par exemple tôles minces, on peut utiliser des éprouvettes de traction, des éprouvettes pour essai en flexion ou des éprouvettes cintrées en U.

7.1.3 Sur les éprouvettes d'assemblages soudés, la soudure doit être placée au centre, perpendiculairement à la direction de la contrainte de traction.

7.1.4 Il convient que la comparaison d'alliages et d'états de traitements différents soit faite sur des éprouvettes de même type et de mêmes dimensions. Il est souhaitable, chaque fois que c'est possible, de faire subir aux éprouvettes un traitement thermique avant l'usinage final, et sinon, d'envisager les moyens d'éliminer les produits de corrosion de la surface des produits (voir 7.2.4).

7.2 Préparation de la surface

7.2.1 Il y a lieu de rebuter les éprouvettes présentant des défauts de surface (d'origine mécanique ou métallurgique).

7.2.2 Il convient que la qualité de surface d'une éprouvette réponde aux conditions suivantes:

- en l'absence d'usinage, état brut de livraison;
- avec usinage: écart moyen arithmétique du profil (R_a) inférieur ou égal à $1 \mu\text{m}$, sauf nécessité de simuler l'état de surface brut de fabrication;
- état de surface des éprouvettes soudées à convenir entre les parties intéressées.

7.2.3 Il est de règle que l'usinage n'altère pas la structure métallurgique des éprouvettes et qu'il réduise au maximum les contraintes résiduelles engendrées.

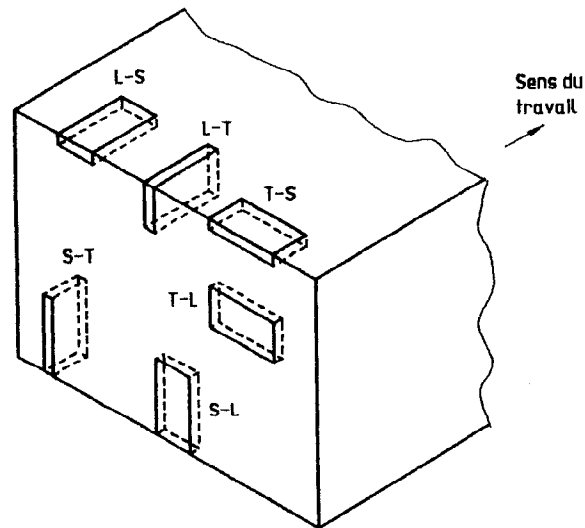
7.2.4 Il est bon que les éprouvettes soient dégraissées à l'aide d'un solvant organique (par exemple éther de pétrole ou acétone). Les autres traitements superficiels éventuels (par exemple décapage à l'acide) peuvent être convenus entre les parties intéressées. Il faut savoir néanmoins que les traitements chimiques peuvent amorcer des fissurations dans certains alliages ou certains états de traitement et, dans ces conditions, il serait préférable de ne pas en faire.

7.3 Identification des éprouvettes

Il convient que les éprouvettes soient identifiées d'une manière appropriée (voir ISO 7539-1) et que les marquages soient protégés contre la corrosion.

7.4 Précautions

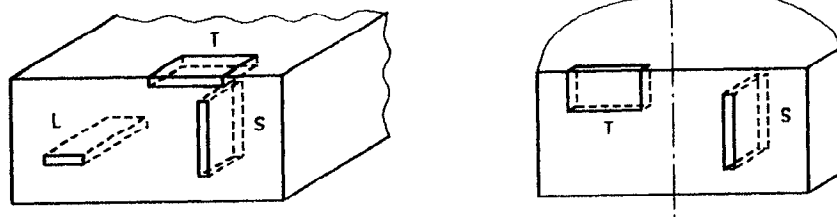
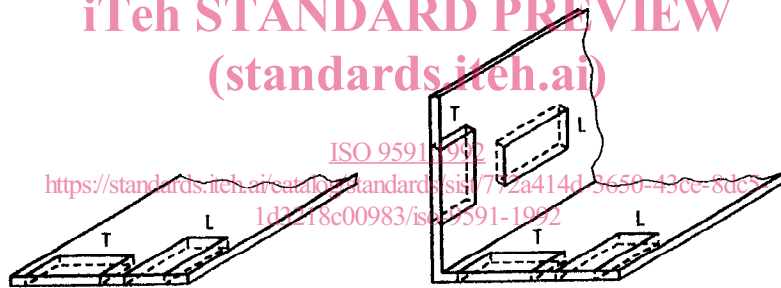
Après dégraissage ou décapage et avant essai, il y a lieu de ne plus toucher la partie calibrée de l'éprouvette à soumettre à l'essai.



L-T Sens longitudinal/travers long
 L-S Sens longitudinal/travers court
 T-L Sens travers long/longitudinal
 T-S Sens travers long/travers court
 S-L Sens travers court/longitudinal
 S-T Sens travers court/travers long

a) Procédure générale

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)



L Sens Longitudinal
 T Sens travers long
 S Sens travers court

b) Procédure recommandée

Figure 1 — Orientation des éprouvettes

8 Environnements d'essai

Il convient que l'environnement d'essai soit adapté à l'application prévue. Sauf accord contraire, il est recommandé d'adopter les environnements suivants.

8.1 Il est recommandé d'utiliser des produits chimiques de qualité analytique reconnue pour préparer les solutions corrosives.

8.2 Il convient de préparer les solutions avec de l'eau distillée ou déionisée, dont la résistivité minimale soit de $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$.

8.3 En immersions alternées, il est de règle d'utiliser une solution aqueuse de chlorure de sodium à $3,5 \% (m/m) \pm 0,1 \% (m/m)$. Le pH de cette solution, fraîchement préparée pour l'essai, doit se situer entre 6,4 et 7,2 après ajustement éventuel (voir 8.5).

8.4 En immersion continue, il est de règle d'utiliser une solution aqueuse de chlorure de sodium à $2,0 \% (m/m) \pm 0,1 \% (m/m)$ et de chromate de sodium (Na_2CrO_4) à $0,5 \% (m/m) \pm 0,05 \% (m/m)$.

Le pH de cette solution doit être ajusté à $3,0 \pm 0,2$ avec de l'acide chlorhydrique. Il y a lieu de vérifier régulièrement le pH pendant l'essai et de l'ajuster au besoin (voir 8.5).

8.5 Le pH des solutions ne pourra être ajusté qu'avec de l'acide chlorhydrique dilué ou une solution diluée d'hydroxyde de sodium.

8.6 Il est de règle de contrôler la température et le taux d'humidité de la pièce dans laquelle sont réalisés les essais, et de vérifier que les éprouvettes sèchent entre deux immersions successives dans la méthode par immersion alternée.

Il convient de contrôler l'humidité relative de l'air et de la maintenir entre 40 % et 75 %.

Il est recommandé de maintenir la température à $25 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ pour assurer la reproductibilité des résultats.

8.7 Avant emploi, il est bon que la température de la solution, fraîchement préparée pour l'essai, ne s'écarte pas de plus de 3 °C de la température de la pièce. Ensuite, aucun contrôle de la température de la solution n'est requis. On contrôlera, en revanche, la température de l'air ambiant et la solution devra pouvoir atteindre sa température d'équilibre.

8.8 Il est souhaitable que le rapport minimal du volume de solution d'essai à la superficie de la partie exposée de l'éprouvette (y compris les accessoires non revêtus en alliages d'aluminium) soit de 35 ml/cm^2 pour les alliages testés par immer-

sions alternées et de 10 ml/cm^2 pour les alliages testés par immersion continue dans une solution de chlorure de sodium/chromate de sodium.

8.9 Il est de règle de compenser les pertes dues à l'évaporation par des apports quotidiens d'eau à la pureté requise (voir 8.2).

8.10 Il convient de préparer de nouvelles solutions chaque semaine. D'autre part, il y a lieu de nettoyer au jet d'eau les parties de l'appareillage en contact avec la solution.

9 Considérations relatives aux contraintes

Il convient que les charges donnent des contraintes élastiques. Les contraintes élastiques sont calculées à l'aide des équations données dans l'ISO 7539-2 à l'ISO 7539-5.

10 Mode opératoire

10.1 Exposer les éprouvettes à l'environnement aussi rapidement que possible après la mise en contrainte.

10.2 Dans le cas d'immersions alternées, les éprouvettes sont immergées dans la solution de chlorure de sodium 10 min toutes les heures, puis les mettre à émerger et les laisser à sécher 50 min.

Il est recommandé de laisser une légère circulation d'air et d'éviter l'air stagnant.

Il n'est pas recommandé de sécher les éprouvettes au jet d'air comprimé en raison de la difficulté d'assurer une uniformité de séchage de grands groupes d'éprouvettes.

Les essais se déroulent généralement sans interruption pendant tout le temps d'exposition prescrit.

10.3 La durée des essais dépendra de la composition et du traitement thermique de l'alliage, des dimensions des éprouvettes, de l'environnement et du mode de mise en charge. Les durées courantes sont comprises entre 10 jours et 90 jours.

Si le but de l'essai est de contrôler la qualité des lots de production ou de déterminer les caractéristiques prescrites dans les documents normalisés pour les alliages, la durée de l'essai doit correspondre aux prescriptions des spécifications pertinentes ou faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

10.4 Il est interdit d'essayer en même temps et dans la même solution saline des éprouvettes d'alliages de différentes compositions.

Pour obtenir une reproductibilité maximale, ne pas exposer en eau salée les éprouvettes à faible teneur en alliage à la même solution que les éprouvettes à forte teneur en alliage si l'élément d'alliage diffère de façon notable du métal de base dans la série galvanique. Ainsi, ne doit-on pas exposer des éprouvettes en alliage d'aluminium sans cuivre avec des éprouvettes en alliage d'aluminium contenant plus de 0,5 % de cuivre.

10.5 Après exposition, décharger les éprouvettes ayant résisté à la déformation, les rincer à l'eau, puis les nettoyer à l'acide nitrique concentré (60 % à 70 %) à température ambiante pour éliminer les produits de corrosion. Les rincer encore à l'eau et les sécher avant tout examen plus détaillé.

11 Évaluation des résultats

11.1 Les éprouvettes exposées sous déformation constante présentant une corrosion évidente après nettoyage peuvent nécessiter un examen métallographique. Lorsque l'essai a été effectué sous charge constante, un examen métallographique peut être effectué sur les éprouvettes rompues après plus de 10 jours pour vérifier si cette rupture est due à la corrosion sous contrainte ou à une autre forme de corrosion. Une éprouvette ne présentant qu'une corrosion par piqûres transgranulaires ou des piqûres et une rupture ductile ne doit pas être considérée comme rompue sous l'effet d'une corrosion fissurante sous contrainte.

11.2 L'examen optique d'une coupe métallographique peut servir à distinguer entre corrosion sous contrainte, corrosion intergranulaire et piqûres transgranulaires. Une éprouvette présentant des fissures intergranulaires sur la face en traction de profondeur supérieure aux piqûres transgranulaires sur la face en compression doit être considérée rompue sous l'effet d'une corrosion fissurante sous contrainte. Une corrosion intergranulaire pas plus

profonde que des piqûres transgranulaires ne doit pas être considérée comme une corrosion fissurante sous contrainte.

Pour les éprouvettes essayées sous charge constante, un examen au microscope électronique à balayage permet de distinguer entre la rupture fragile intergranulaire due à la corrosion sous contrainte et la rupture ductile transgranulaire due à une surcharge mécanique. Les deux types de faciès se rencontrent avec les éprouvettes sous charge constante lorsque la corrosion fissurante sous contrainte est à l'origine de la rupture.

12 Rapport d'essai

Il convient que le rapport d'essai contienne les informations suivantes:

- a) composition chimique ou désignation de l'alliage;
- b) produit, état de traitement et épaisseur de section du matériau essayé;
- c) dimensions et emplacement des éprouvettes;
- d) type, dimensions et orientation du grain de l'éprouvette et nombre de répliques;
- e) niveau(x) de contrainte et mode de mise en charge;
- f) état de surface des éprouvettes;
- g) durée de l'essai ou durée de vie des éprouvettes;
- h) méthode d'essai et condition d'environnement;
- i) résultats des examens métallographiques éventuels.

Annexe A (normative)

Examen de l'orientation du grain

A.1 Attaque macrographique

Effectuer l'attaque sur une surface usinée.

Plonger environ 1 min dans une solution à température ambiante composée de

- 1 volume d'acide chlorhydrique à 38 % (*m/m*),
 $\rho = 1,19$ g/ml;
- 1 volume d'acide nitrique à 60 % (*m/m*),
 $\rho = 1,38$ g/ml;
- 2 % (*V/V*) d'acide fluorhydrique à 40 % (*m/m*),
 $\rho = 1,14$ g/ml; et

complétée à 3 volumes avec de l'eau.

Examiner à l'œil nu ou sous faible grossissement.

A.2 Attaque fluoborique

Effectuer l'attaque sur une surface polie avec soin, de préférence par électropolissage:

- Oxydation anodique: 20 mA/cm² dans une solution aqueuse d'acide fluoborique à 2,5 % (*V/V*) pendant 1 min à 2 min à température ambiante.

Examiner au microscope sous lumière polarisée.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9591:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/772a414d-3650-43ce-8dc5-1d3218c00983/iso-9591-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/772a414d-3650-43ce-8dc5-1d3218c00983/iso-9591-1992>