

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**10270**

Première édition  
1995-12-01

---

---

**Corrosion des métaux et alliages — Essais  
de corrosion aqueuse des alliages de  
zirconium utilisés dans les réacteurs  
nucléaires**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Corrosion of metals and alloys — Aqueous corrosion testing of zirconium  
alloys for use in nuclear power reactors*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/168a5d78-d9b1-4545-8066-afd32f3232eb/iso-10270-1995>



Numéro de référence  
ISO 10270:1995(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 10270 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 10270:1995  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/168a5d78-d9b1-4545-8066-afd32f3232eb/iso-10270-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 métaux et alliages — Essais de corrosion aqueuse des alliages de zirconium utilisés dans les réacteurs nucléaires

**AVERTISSEMENT** — La présente Norme internationale peut concerner des matériaux, des opérations et des matériels qui peuvent être dangereux (voir article 9). Il est de la responsabilité de celui qui l'utilise de se renseigner et de définir les règles appropriées de sécurité et d'hygiène, ainsi que les limites réglementaires d'utilisation avant de la mettre en œuvre.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- la détermination du gain en masse;
- le contrôle superficiel des produits en zirconium et en alliages de zirconium après essai de corrosion dans l'eau à 360 °C et dans la vapeur à 400 °C ou plus;
- que les essais à la vapeur doivent être réalisés à 10,3 MPa (1 500 psi).

La présente Norme internationale est applicable aux produits corroyés, moulés, aux produits de la métallurgie des poudres et aux métaux d'apport pour le soudage.

La méthode a beaucoup servi à mettre au point de nouveaux alliages et de nouvelles techniques de traitement thermique et à évaluer les techniques de soudage, et devrait être utilisée dans sa totalité comme moyen de réception des produits plutôt que comme moyen d'évaluation de leurs propriétés en service.

## 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 5813:1983, *Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode iodométrique.*

ISO 5814:1990, *Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode électrochimique à la sonde.*

## 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 décapage:** Processus d'élimination d'un métal superficiel par utilisation d'acides dilués dans l'eau.

**3.2 coupons de contrôle:** Échantillons d'alliages de zirconium de caractéristiques connues utilisés pour vérifier la validité d'un essai.

**3.3 coupons à gain élevé en masse:** Échantillons d'alliages de zirconium ayant subi un traitement thermique spécial de façon à acquérir une masse supérieure à la masse maximale considérée comme acceptable, pour vérifier la sévérité d'un essai.

## 4 Principe

Des échantillons de zirconium ou d'alliages de zirconium sont exposés à de l'eau ou de la vapeur sous pression à une température élevée pendant 72 h ou 336 h. La corrosion se mesure normalement en termes de gain en masse des échantillons et d'apparition d'une pellicule d'oxyde en surface de l'échantillon. Dans certains cas, tels que l'évaluation des soudures, les déterminations de gain de masse sont soit impossibles, soit inutiles. Dans ce cas, l'aspect de l'échantillon sera le seul critère d'acceptation. La pression de l'essai en vapeur doit être de 10,3 MPa (1 500 psi).

## 5 Portée

**5.1** Les échantillons sont normalement essayés après décapage et rinçage soigneux. Les échantillons dont la surface est brute de fabrication peuvent également être essayés sans décapage préalable.

**5.2** Les tubes revêtus d'un autre matériau sur leur surface interne uniquement doivent être essayés après élimination de ce revêtement.

## 6 Interférences

Les charges d'autoclaves renfermant un ou plusieurs échantillons présentant une oxydation poussée peuvent, par contamination ambiante, affecter les résultats obtenus sur les autres échantillons.

## 7 Réactifs et matériaux

Au cours de l'essai, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau décrite en 7.4 ou 7.5.

**7.1 Gaz argon**, de qualité pour soudage.

**7.2 Gaz azote**, pour purger ou contrôler la teneur en oxygène.

**7.3 Mélange argon-hydrogène**, pour purger et chasser l'oxygène.

**7.4 Eau de qualité A** — eau purifiée ayant une résistivité électrique d'au moins 1 M $\Omega$ ·cm, mesurée à 25 °C avant le début de l'essai.

**7.5 Eau de qualité B** — eau déionisée ou déminéralisée ayant une résistivité électrique d'au moins 0,5 M $\Omega$ ·cm à 25 °C. On peut remplacer l'eau de qualité B par de l'eau de qualité A.

**7.6 Détergents et solvants**, pour nettoyer les échantillons, en particulier éthanol et acétone.

**7.7 Acide fluorhydrique (HF)**, concentré.

**7.8 Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>)**, concentré.

**7.9 Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)**, concentré.

**7.10 Coupons de contrôle**, tels que définis en 3.2.

**7.11 Coupons à gain élevé en masse**, tels que définis en 3.3.

## 8 Appareillage

### 8.1 Généralités

L'appareillage se compose d'équipements pour

- a) découper les échantillons au besoin;
- b) mesurer la superficie et la masse des échantillons, la résistivité et le pH de l'eau, la température et la pression d'essai, la température de décapage et de rinçage;
- c) effectuer les essais de corrosion en eau ou en vapeur à température et pression élevées.

**8.2 Équipement de décapage**, se composant d'un bain d'acide, d'un système de rinçage à l'eau courante et à l'eau déionisée, pour éliminer convenablement le métal et le rincer sans laisser de tache. Des réservoirs en polyéthylène ou en polypropylène sont communément utilisés, munis d'un raccord d'alimentation par le fond pour les rinçages à l'eau courante. Les porte-échantillons sont généralement en acier inoxydable de la série 300. Lorsque plusieurs échantillons sont traités à la fois, il est utile d'avoir un plongeur mécanique pour le décapage.

**8.3 Autoclaves**, construits en acier inoxydable de la série 300 ou en alliages à base de nickel de qualité UNS N06600 ou N06690 par exemple, conformément aux réglementations gouvernementales régissant les appareils à pression non soumis à la flamme. L'autoclave est pourvu de dispositifs de mesurage et de contrôle de la pression et de la température, de dispositifs de sécurité et de purges d'air. Les systèmes de contrôle de la pression et de la température doivent respecter les exigences de la présente Norme internationale. Les porte-échantillons et autres accessoires intérieurs doivent également être construits en

acier inoxydable de la série 300 ou 400, ou en alliages de nickel de qualité UNS N06600 ou N06690.

**8.4 Équipement de mesurage de la taille des échantillons**, d'une précision de 50 µm.

**8.5 Balance analytique**, d'une précision de 0,1 mg.

## 9 Risques

**9.1** Les produits chimiques utilisés pour la préparation des échantillons pour essai sont dangereux. Des informations détaillées sur la sécurité de manipulation des composants organiques, acides et produits du zirconium et de ses alliages doivent être recueillies auprès des autorités compétentes.

**9.2** Le fonctionnement des autoclaves à haute pression et haute température doit respecter la réglementation gouvernementale et les instructions du fabricant.

**9.3** L'hydrogène gazeux ajouté à la vapeur dans l'autoclave doit être manipulé conformément aux directives concernant les produits explosifs et inflammables.

**9.4** L'eau froide ne doit pas être ajoutée directement dans l'autoclave pour accélérer le refroidissement en fin d'essai.

## 10 Échantillonnage, échantillons et unités d'essai

**10.1** La taille et la quantité des échantillons, leur mode de prélèvement et de préparation superficielle, ainsi que les critères de réception sont fixés dans la spécification de produit ou par accord entre l'acheteur et le vendeur au moment du contrat. La superficie totale de chaque échantillon doit être d'au minimum 10 cm<sup>2</sup>.

**10.2** Chaque échantillon et coupon de contrôle doit faire l'objet d'une identification individuelle.

## 11 Préparation de l'appareillage

**11.1** Les conditions générales applicables aux autoclaves (8.3) neuf ou rénovés et aux parties d'autoclave utilisées antérieurement pour essayer d'autres matériaux que ceux de la présente Norme internationale sont les suivantes.

**11.1.1** Avant d'essayer des échantillons dans un autoclave neuf ou rénové ou dans un autoclave dont on a changé la robinetterie, la tuyauterie, les joints, etc. en contact avec l'échantillon, nettoyer soigneusement l'appareil à l'éthanol ou à l'acétone (7.6), et le rincer deux fois à l'eau de qualité B (7.5). Sécher l'autoclave ou les accessoires sous vide ou l'essuyer après l'avoir égoutté à l'aide d'un chiffon propre non pelucheux. Vérifier l'absence totale de contamination. Il ne doit y avoir aucun signe visible de pollution du type graisse, résidus, poussière ou salissures, oxydes ou rouille libres, film de graisse ou d'huile à la surface de l'eau, sur les surfaces internes, les joints ou la tête.

**11.1.2** Nettoyer tous les accessoires et supports neufs ou rénovés utilisés dans l'autoclave, et les rincer à l'eau chaude de qualité B. Passer ces pièces à l'autoclave pendant au moins 1 jour à 400 °C, dans de la vapeur d'eau à 10,3 MPa ou, de préférence, de l'eau à 360 °C. Vérifier si les pièces présentent des produits de corrosion. Si tel est le cas ou si la résistivité électrique de l'eau résiduelle après essai est inférieure à 0,1 MΩ·cm, nettoyer les pièces à nouveau et les repasser à l'autoclave.

**11.2** Les caractéristiques générales des autoclaves et pièces utilisés en continu pour des essais de corrosion selon la présente Norme internationale sont les suivantes.

Tous les autoclaves, accessoires, pièces et supports utilisés en continu ayant fonctionné de façon satisfaisante au cours d'essais antérieurs doivent être rincés avec de l'eau de qualité B. Les accessoires et supports présentant des produits de corrosion après essai doivent être vérifiés et les articles présentant des produits de corrosion libre doivent être rénovés.

## 12 Étalonnage et normalisation

### 12.1 Préparation des coupons à gain élevé en masse

Les coupons à gain élevé en masse (7.11) doivent être sélectionnés dans un lot précédemment essayé. Le matériau choisi doit subir un traitement thermique lui conférant à l'augmentation de masse désirée. Un traitement de 8 h à 900 °C avec refroidissement à 300 °C à une vitesse ne dépassant pas 3,3 °C/min produit normalement le gain de masse désiré en atmosphère inerte ou sous vide. Ce traitement doit être utilisé pour les alliages de type Zircalloy. D'autres types d'alliages peuvent requérir des traitements thermiques différents.

## 12.2 Autoclaves

**12.2.1** Avant d'être utilisé pour réceptionner des produits, un autoclave doit être contrôlé du point de vue thermique de la manière indiquée en 12.4.2 et doit montrer qu'il est satisfaisant par l'essai d'au moins trois coupons de contrôle dans chacune des parties supérieure, moyenne et inférieure du volume utile. Les résultats d'essai doivent être consignés dans le certificat d'essai de réception de l'autoclave en question. On peut aussi, si on le désire, utiliser des coupons à gain élevé en masse.

Un autoclave neuf ou usagé est considéré comme acceptable si le gain moyen en masse de chaque coupon de contrôle est reproductible à  $\pm 3$  écarts-types par rapport au gain moyen en masse du lot de coupons de contrôle.

**12.2.2** Le gain moyen en masse et l'écart-type d'un lot de coupons de contrôle (7.10) et éventuellement, d'un lot de coupons à gain élevé en masse (7.11) doivent être déterminés à partir d'au moins un essai en autoclave effectué de la manière suivante.

Choisir au hasard 12 échantillons dans le lot de coupons de contrôle ou dans le lot de coupons à gain élevé en masse.

Préparer tous les échantillons de la manière indiquée en 13.4 conformément aux exigences préalables à l'essai de la présente Norme internationale.

Placer les 12 ou les 24 échantillons sur un support (voir figure 1) et disposer ce dernier dans le volume utile de l'autoclave.

Effectuer l'essai de corrosion dans de la vapeur ou de l'eau conformément à l'une des quatre méthodes indiquées en 14.3.

Retirer les échantillons et les peser conformément aux exigences de la présente Norme internationale.

Calculer et établir le gain moyen en masse et l'écart-type [méthode ( $n - 1$ )] de chaque série de coupons correspondant à la méthode choisie.

NOTE 1 Pour les essais de réception des produits, la valeur moyenne de l'écart-type des coupons de contrôle peuvent correspondre aux valeurs trouvées comme décrit dans l'alinéa précédent ou être calculées périodiquement à partir de toutes les valeurs acceptées sur les trois mois précédents (au moins 21 valeurs).

**12.2.3** Le gain moyen en masse et l'écart-type des coupons de contrôle utilisés régulièrement peuvent également être déterminés de la manière suivante.

Faire subir aux coupons de contrôle trois essais différents, dans le haut, au milieu et dans le bas de l'autoclave, et déterminer le gain en masse.

Faire la moyenne des trois essais et en trois emplacements sur chaque coupon de contrôle.

Calculer l'écart-type du lot de coupons de contrôle par la méthode ( $n - 1$ ) en utilisant les données obtenues sur tous les coupons de contrôle prélevés dans le même lot de matériaux.

## 12.3 Utilisation de coupons de contrôle

**12.3.1** Chaque essai en autoclave de réception de produit doit porter sur au moins trois coupons de contrôle placés dans le haut, au milieu et dans le bas de la charge d'échantillons.

**12.3.2** Les coupons de contrôle peuvent être bruts de fabrication ou découpés avant l'essai, mais dans ce dernier cas, les surfaces ne doivent présenter ni tache, ni piqûre, ni zone d'attaque acide excessive.

**12.3.3** Un essai en autoclave ne doit être considéré comme acceptable que si le gain en masse du coupon après essai n'est pas inférieur à la moyenne établie  $- 3$  écarts-types, et si l'aspect visuel de chaque coupon est identique à celui d'un échantillon normal ou meilleur. Si le gain en masse d'un coupon de contrôle après essai dépasse la valeur moyenne  $+ 3$  écarts-types ou la valeur moyenne prescrite et si un ou plusieurs échantillons pour essai ne satisfont pas au critère d'acceptation correspondant à leur emplacement dans l'autoclave, l'échantillon ou les échantillons en question peuvent être rebutés et un nouvel essai entrepris.

**12.3.4** Les coupons de contrôle peuvent être réutilisés après élimination de la pellicule d'oxyde, comme décrit en 13.4.1.

## 12.4 Étalonnage

**12.4.1** Les systèmes de mesure et d'enregistrement de la température utilisés pour déterminer la conformité doivent être étalonnés au moins tous les 6 mois et ne doivent donner des écarts de plus de  $\pm 3$  °C par rapport aux relevés effectués sur matériaux de référence normalisés sur le plan national.

**12.4.2** Des relevés thermiques verticaux doivent être effectués sur les autoclaves aux températures d'essai au moins tous les 6 mois ou à chaque réglage ou remplacement des filaments des thermocouples de contrôle. La portée axiale de l'autoclave utilisé pour les essais de réception de produits doit être limitée

au volume respectant la température affichée  $\pm 3$  °C, après compensation de température à la suite de l'étalonnage des thermocouples. Ce volume est considéré comme le volume utile. Les thermocouples de contrôle peuvent être placés au centre du volume de l'autoclave ou au voisinage d'une extrémité radiale.

**12.4.3** Les dispositifs de mesurage de la pression doivent être étalonnés une fois par an et les enregistrements doivent coïncider, à  $\pm 0,35$  MPa, avec celui du dispositif étalonné sur la plage utilisée pour l'essai.

## 13 Conditionnement

### 13.1 Qualité de l'eau d'essai

L'eau utilisée pour l'essai de corrosion doit être une eau de qualité A (7.4) ayant une teneur en oxygène ne dépassant pas 45 µg/g. La vérification de la teneur en oxygène peut se faire soit par mesurage direct avec la méthode prescrite dans l'ISO 5813 ou l'ISO 5814, soit par la méthode de purge A ou B prescrite en 14.3.

### 13.2 Limitations de charge autoclavée

Il convient que la superficie des échantillons chargés dans un autoclave statique ne dépasse pas  $0,1 \text{ m}^2$  par litre de volume d'autoclave.

### 13.3 Conditions d'essai

#### 13.3.1 Température

La température enregistrée dans le volume d'essai doit correspondre à la valeur prescrite  $\pm 3$  °C pour les essais en vapeur et  $\pm 6$  °C pour les essais en eau.

#### 13.3.2 Pression

La pression enregistrée doit correspondre à la valeur prescrite  $\pm 0,7$  MPa pour les essais en vapeur et  $\pm 1,4$  MPa pour les essais en eau.

#### 13.3.3 Temps

Le temps d'exposition recommandé est de 3 jours ou 4 jours. La tolérance sur le temps d'exposition à la température et à la pression prescrites doit être de  $^{+8}_0$  h. La durée dans les conditions prescrites n'a pas besoin d'être continue.

### 13.3.4 Essais

Les essais effectués à une pression ou à une température dépassant les limites prescrites pendant moins de 10 % de la durée nominale, mais donnant des résultats satisfaisants sur les coupons de contrôle, peuvent être considérés comme acceptables sur décision du laboratoire.

## 13.4 Préparation des échantillons

### 13.4.1 Échantillons découpés

Les échantillons doivent être soigneusement nettoyés avant décapage à l'acide (voir 3.1) et rincés convenablement de manière à préparer les surfaces à l'essai en éliminant l'influence des techniques d'usinage, de rectification ou autre réalisées pour obtenir un échantillon de la taille désirée. Toute technique donnant la finition désirée, lisse et brillante, sans tache peut être utilisée. Les alliages zirconium-niobium découpés à l'acide ont un fini mat. Un exemple de mode opératoire satisfaisant de décapage et de rinçage est donné dans l'annexe A.

### 13.4.2 Échantillons bruts de fabrication

Les échantillons doivent être soigneusement nettoyés avant l'essai pour éviter les pollutions de l'autoclave pouvant tour à tour affecter les autres échantillons pendant l'essai. L'étendue du nettoyage de l'échantillon doit être prescrite par accord entre les parties contractantes. Un exemple de mode opératoire de nettoyage satisfaisant est donné dans l'annexe A.

## 14 Mode opératoire

### 14.1 Inspection des échantillons

Examiner les échantillons pour voir s'ils présentent des repliures, fissures, soufflures, particules étrangères, parties lustrées, taches d'acide sombres, etc. Jeter ou préparer à nouveau les échantillons découpés présentant des taches d'acide ou des surfaces ternes.

### 14.2 Dimensions, masse et contrôle

Mesurer chaque échantillon pour essai, avant ou après essai, à  $\pm 50 \mu\text{m}$  et calculer sa superficie en arrondissant à  $1 \text{ mm}^2$  près. Peser les échantillons à  $0,1 \text{ mg}$  près sur la balance analytique (8.5) vérifiée quotidiennement avec une masse étalon avant usage et remise à zéro toutes les cinq pesées. Peser les échantillons quand ils sont parfaitement secs et à la même température que la balance.

## 14.3 Autoclavage

### 14.3.1 Mise en place des échantillons

Placer les échantillons pour essai propres et pesés sur le support propre d'une manière interdisant tout contact entre échantillons. On peut utiliser pour les séparer des rondelles ou des treillis métalliques en acier inoxydable autoclavé (voir article 11) de la série 300 ou 400. Immédiatement avant de les plonger dans l'autoclave (8.3), rincer éventuellement les supports avec de l'eau de qualité B (7.5). Immédiatement avant l'opération, rincer l'autoclave deux fois avec de l'eau de qualité B. Placer les échantillons et leurs supports dans le volume utile de l'autoclave nettoyé et rincé.

### 14.3.2 Méthode de purge A

#### 14.3.2.1 Essais en eau

Il est nécessaire de déterminer le volume d'eau nécessaire pour tenir les échantillons immergés dans la phase liquide pendant toute la durée de l'essai. Les moyens de procéder sont les suivants.

Remplir l'autoclave propre, soigneusement rincé, de suffisamment d'eau pour couvrir les échantillons pendant toute la durée de l'essai. Mesurer le volume d'eau ajouté,  $V_1$ . Calculer le volume d'eau,  $V_2$ , à ajouter pour tenir les échantillons immergés dans la phase liquide à la température d'essai, à l'aide de l'équation suivante:

$$V_2 = \frac{V_1}{v'} + \frac{V_3}{v''}$$

où

$V_3$  est le volume libre de l'autoclave (c'est-à-dire le volume de l'autoclave moins le volume des échantillons); ce volume est mesuré quand l'autoclave contenant les échantillons est rempli avec un volume mesuré d'eau jusqu'au bord;

$v'$  et  $v''$  sont les volumes massiques respectifs d'eau et de vapeur à la température d'essai, donnés dans le tableau 1.

Les valeurs pour d'autres températures sont données dans la littérature [2].

Nettoyer et rincer soigneusement l'autoclave avant emploi. Ajouter 10 % d'eau de qualité A en excès du volume calculé,  $V_2$ . Mettre en marche les serpentins de chauffe dès fermeture hermétique de l'autoclave. Lorsque la température interne atteint 150 °C, ouvrir la purge vers l'atmosphère ou le collecteur d'évacuation et recueillir le condensat pour l'excès de 10 % d'eau ajouté auparavant. Refermer la purge ou le collecteur. Vérifier ensuite que l'autoclave remplit les conditions d'essai en température et en pression.

#### 14.3.2.2 Essais en vapeur

Placer les supports et les échantillons dans un autoclave propre, soigneusement rincé. Ajouter de l'eau de qualité A (7.4) jusqu'à ce que l'autoclave soit de un quart à trois quarts plein. Mettre en marche les serpentins de chauffe dès fermeture hermétique de l'autoclave. Lorsque la température interne dépasse 110 °C, ouvrir la purge vers l'atmosphère ou le collecteur d'évacuation pendant une durée suffisante pour obtenir un dégazage complet, et refermer la purge. La température et la pression continuant à monter, ouvrir et fermer la purge selon besoin pour maintenir la pression requise.

Tableau 1

Température (°C)	146	260	288	316	343	360
$v'$ (liquide)	1,086 2	1,275 5	1,358 5	1,477	1,667	1,894
$v''$ (vapeur)	434,7	42,15	26,84	16,55	10,17	6,943

### 14.3.3 Méthode de purge B

#### 14.3.3.1 Essais en eau

Charger les supports et les échantillons dans l'autoclave propre, soigneusement rincé. Remplir d'eau de qualité A comme pour la méthode A, ou si l'autoclave est équipé d'un système de purge automatique, le remplir de suffisamment d'eau pour couvrir les échantillons. Fermer l'autoclave hermétiquement et mettre en marche les serpentins de chauffe. Purger l'autoclave pendant au moins 6 min une fois la température de 90 °C atteinte. Vérifier ensuite que l'autoclave remplit les conditions d'essai en température et en pression.

#### 14.3.3.2 Essais en vapeur

Charger dans l'autoclave les supports, les échantillons et l'eau de qualité A de la même manière que pour la méthode A. Fermer l'autoclave hermétiquement et mettre en marche les serpentins de chauffe. Ouvrir la purge pendant au minimum 10 min avant d'atteindre la température de 150 °C. La température et de la pression continuant à monter, maintenir la pression à la valeur requise en ouvrant momentanément la purge.

### 14.3.4 Méthode du circuit fermé C

#### 14.3.4.1 Essais en eau

Préparer de l'eau dégazée de qualité A et la stocker dans un circuit fermé. Placer les supports et les échantillons dans l'autoclave propre et sec et assembler le tout, à l'exception du raccord de remplissage. Faire un vide d'environ 1,3 kPa dans l'autoclave et le remplir d'argon (7.1), puis continuer à faire le vide. Remplir l'autoclave d'argon jusqu'à une pression relative de 34 kPa et ajouter la quantité d'eau requise provenant du circuit fermé sans les 10 % en excès de la méthode A. Fermer ensuite l'autoclave hermétiquement et mettre en marche les serpentins de chauffe. Aucune purge n'est nécessaire.

#### 14.3.4.2 Essais en vapeur

Suivre un mode opératoire similaire à celui décrit en 14.3.4.1 pour remplir l'autoclave (un quart à trois quarts). Mettre en marche les serpentins de chauffe, puis purger pour atteindre la pression d'essai requise. Alimenter l'autoclave par un circuit fermé utilisant de l'eau dégazée. Vérifier l'eau de qualité A du point de vue du pH, de la conductivité électrique et de la teneur en oxygène juste avant le remplissage, puis noter les résultats.

Les valeurs indiquées de pH et de résistivité électrique doivent être respectées après correction des valeurs mesurées à 25 °C.

### 14.3.5 Autoclavage de régénération, méthode D

Le matériel nécessaire comprend un autoclave de régénération avec pompe à haute pression à volume constant, un préchauffeur avec régulateur et un dispositif séparé de contrôle des excès de température, un régulateur de contrepression et un système de protection contre les surpressions. Faire fonctionner la pompe à un débit assurant la bonne marche des régulateurs de pression et maintenir le pH constant à 0,2 unité près et la résistivité électrique de l'eau effluente à 0,4 M $\Omega$ ·cm ou plus. Introduire l'eau d'alimentation préalablement dégazée à moins de 45 pg/g d'oxygène par le bas de l'autoclave et évacuer l'effluent par le haut.

#### 14.3.5.1 Essais en eau

Placer les échantillons dans des autoclaves propres, presque complètement remplis d'eau de qualité A. Fermer le couvercle des autoclaves et faire les raccordements nécessaires (tuyauteries, instruments). Ajouter de l'eau de qualité A jusqu'à ce qu'aucune bulle d'air ne sorte plus de la soupape de purge ouverte. Fermer la soupape et régler le régulateur sur la pression de service. Une fois l'autoclave sous pression et l'eau effluente remplissant les conditions de pH, résistivité et teneur en oxygène dissous, mettre en marche les serpentins de chauffe et amener l'autoclave à la température de service. Une fois l'essai terminé, fermer les serpentins, couper l'alimentation en eau et refroidir l'autoclave à une température inférieure à 100 °C avant de l'ouvrir.

#### 14.3.5.2 Essais en vapeur

Suivre le même mode opératoire pour les essais en eau. Il est admis de purger l'autoclave par un raccord bas ou un tube plongeur si l'on n'a pas besoin d'échantillons d'eau après l'essai.

## 14.4 Mesurages après essai et contrôle

Enlever avec soin les échantillons des supports avec des gants propres ou en se servant de pinces pour éviter les rayures. Rincer éventuellement les échantillons à l'eau de qualité B (7.5) ou de l'éthanol (7.6) et les sécher. Conserver les échantillons dans un récipient propre et sec à la même température que la balance analytique (8.5) pendant au moins 1 h avant de les peser. Peser les échantillons, et si nécessaire, mesurer leurs dimensions. Examiner les échantillons conformément à 15.2.