
**Corrosion des métaux et alliages —
Détermination de la température critique
de piqûration des aciers inoxydables
sous contrôle potentiostatique**

*Corrosion of metals and alloys — Determination of the critical pitting
temperature under potentiostatic control*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17864:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17864:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>

© ISO 2005

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Éprouvettes	4
7 Étalonnage de la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution	4
8 Mode opératoire	4
9 Évaluation des résultats	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Lignes directrices pour la sélection des paramètres d'essai	7
Annexe B (informative) Méthode pour empêcher une attaque par crevasse	10
Annexe C (informative) Potentiel des électrodes de référence sélectionnées, à 25 °C, par rapport à l'électrode normale à hydrogène (ENH)	14

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17864 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17864:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>

Introduction

L'acier inoxydable est sensible à la corrosion par piqûres, à la corrosion caverneuse, à la corrosion fissurante sous contrainte, etc., bien qu'il soit utilisé comme matériau généralement résistant à la corrosion. Le phénomène de piqûres est normalement de nature aléatoire, de ce fait sa mesure nécessite au moins deux valeurs. La température critique de piqûration définit la température la plus basse, indépendante du potentiel, en dessous de laquelle des piqûres n'apparaissent pas.

La méthodologie de base a été normalisée en premier lieu dans l'ASTM G150, *Méthode d'essai normalisée pour essai électrochimique de la température critique de piqûration des aciers inoxydables*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17864:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17864:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fed320a8a62/iso-17864-2005>

Corrosion des métaux et alliages — Détermination de la température critique de piqûration des aciers inoxydables sous contrôle potentiostatique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit le mode opératoire permettant de déterminer la température critique de piqûration des aciers inoxydables (acier inoxydable austénitique, ferritique/austénitique, ferritique) sous contrôle potentiostatique.

Le principal avantage de l'essai réside dans la rapidité avec laquelle il est possible de mesurer la température critique de piqûration en un seul essai.

La température critique de piqûration, déterminée selon la présente Norme internationale, peut servir d'indice relatif de performance, par exemple pour comparer les performances relatives de différentes nuances d'acier inoxydable. L'essai décrit dans la présente Norme internationale n'est pas destiné à déterminer la température à laquelle des piqûres apparaîtront en service.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 17864:2005

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 8044:1999, *Corrosion des métaux et alliages — Termes principaux et définitions*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

température critique de piqûration

CPT

température la plus basse à la surface de l'éprouvette à laquelle se produit une piqûre se propageant de manière stable, dans des conditions d'essai spécifiées

3.2

vitesse d'augmentation de la température

vitesse à laquelle la température de la surface de l'éprouvette augmente au cours de l'essai

NOTE La vitesse d'augmentation de la température est exprimée en degrés Celsius secondes à la puissance moins un ($^{\circ}\text{C s}^{-1}$).

4 Principe

4.1 L'essai implique l'augmentation de la température de la surface de l'éprouvette à une vitesse spécifiée, tout en exposant cette éprouvette à un milieu spécifié et en maintenant le potentiel de l'éprouvette à une valeur spécifiée. La température de la surface de l'éprouvette est augmentée en chauffant la solution.

4.2 La température critique de piqûration est définie comme étant la température de l'éprouvette à laquelle la densité du courant dépasse une valeur spécifiée pendant 60 s. Ce délai de 60 s permet de garantir que l'augmentation de courant observée est bien due à une piqûration se propageant de manière stable et qu'il ne s'agit pas de pics de courant transitoires dus à une piqûration métastable.

4.3 Le porte-éprouvette est conçu de manière à garantir qu'il ne se produit pas de corrosion cavernueuse au niveau du joint entre l'éprouvette et le support.

4.4 Il peut y avoir un gradient de température entre la masse de la solution et la surface de l'éprouvette, gradient dont l'amplitude dépendra de la géométrie et des dimensions de l'éprouvette. Les lignes directrices permettant l'étalonnage de la température de la surface de l'éprouvette par rapport à la température de la solution sont données dans l'Article 7.

4.5 La vitesse d'augmentation de la température, le milieu et le potentiel appliqué peuvent varier en fonction du matériau. Les lignes directrices pour la sélection des paramètres d'essai des aciers austénitiques et duplex sont données dans l'Annexe A.

4.6 La température critique de piqûration est caractéristique de la méthode d'essai et il convient de ne l'utiliser que comme mesure comparative de performance.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

5.1 Potentiostat

[ISO 17864:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fd320a8a62/iso-17864-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fd320a8a62/iso-17864-2005)

[8fd320a8a62/iso-17864-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36c8cec9-e09d-4659-86a8-8fd320a8a62/iso-17864-2005)

Le potentiostat doit pouvoir contrôler le potentiel d'électrode à ± 1 mV d'une valeur de consigne.

5.2 Appareil de mesure du potentiel d'électrode

Il convient que l'appareil ait une impédance d'entrée élevée, de l'ordre de $10^{11} \Omega$ à $10^{14} \Omega$, afin de réduire au minimum le courant prélevé sur le système au cours du mesurage. Il convient que la sensibilité et l'exactitude de mesure de l'instrument soient suffisantes pour détecter toute modification de 1,0 mV.

5.3 Appareil de mesure du courant

Dans le circuit, le courant est évalué à partir de la chute de potentiel mesurée sur une résistance connue. Sur de nombreux potentiostats, ce mesurage est interne, mais les mesurages peuvent également être externes, en plaçant une résistance dans la ligne de courant entre l'électrode auxiliaire et son raccordement au potentiostat. L'appareil doit pouvoir mesurer un courant à 2 % de la valeur réelle.

5.4 Régulateur de température

Le régulateur de température doit pouvoir porter la température de la surface de l'éprouvette de 0 °C à 100 °C à une vitesse contrôlée, ce qu'on obtient en chauffant ou en refroidissant la solution. Au-dessus de 10 °C, la vitesse moyenne de variation de température de l'éprouvette doit être contrôlée à ± 30 % de la valeur recherchée, la moyenne étant calculée sur une plage de températures de 10 °C. Les lignes directrices pour le calcul de la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution sont données dans l'Article 7.

5.5 Appareil de mesure de la température

L'appareil doit pouvoir mesurer la température de la solution d'essai avec une exactitude de $\pm 0,4$ °C.

5.6 Porte-éprouvette

5.6.1 Toutes les parties du porte-éprouvette entrant en contact avec la solution d'essai doivent être en matériau inerte.

5.6.2 Le porte-éprouvette doit être conçu de manière à garantir qu'il n'apparaît aucune corrosion cavernueuse dans la zone de contact entre le porte-éprouvette et l'éprouvette. L'Annexe B esquisse une méthode permettant d'empêcher une telle attaque par crevasse, en utilisant une cellule avec circulation sous joint ou un porte-éprouvette soumis à un rinçage.

5.7 Cellule d'essai

5.7.1 La cellule d'essai doit contenir l'éprouvette, une sonde capillaire du type Luggin reliée à une électrode de référence externe pour la mesure du potentiel d'électrode, une électrode auxiliaire, un orifice pour l'insertion d'un appareil de mesure de la température et un dispositif pour agiter la solution de manière répétable. Pour ce faire, il est possible d'utiliser un agitateur mécanique ou simplement d'insuffler des bulles de gaz dans la solution à une vitesse contrôlée.

5.7.2 Une cellule à double paroi est couramment utilisée pour permettre de refroidir ou de réchauffer la solution par recyclage dans l'enceinte externe de la cellule d'un liquide provenant d'un bain chauffant externe.

5.7.3 L'extrémité de la sonde capillaire du type Luggin doit être placée de manière à se trouver à une distance de l'éprouvette égale à environ deux fois le diamètre de l'extrémité, mais pas plus près.

5.7.4 Toutes les parties de la cellule d'essai ou du porte-éprouvette entrant en contact avec la solution doivent être réalisées dans un matériau inerte. Le polycarbonate, le verre et le polytétrafluoréthylène (PTFE) conviennent.

5.7.5 Le rapport du volume de solution dans la cellule d'essai à la surface de l'éprouvette doit être au moins de 100 ml/cm².

5.8 Électrode auxiliaire

L'électrode auxiliaire est généralement préparée à partir de platine de grande pureté. D'autres matériaux peuvent être utilisés à condition d'être inertes. L'électrode auxiliaire peut se présenter sous forme de feuille ou de tige ou bien de gaze sur cadre en verre. Il convient que l'aire de l'électrode auxiliaire soit au moins égale à celle de l'éprouvette.

NOTE Du graphite peut être utilisé comme électrode auxiliaire mais il faut veiller à éviter toute contamination; la désorption d'espèces retenues dans le graphite peut s'avérer nécessaire avant usage.

5.9 Électrode de référence

5.9.1 L'électrode de référence doit être maintenue à température ambiante à l'extérieur de la cellule d'essai et reliée à cette dernière par l'intermédiaire d'une sonde capillaire de type Luggin.

5.9.2 Les électrodes couramment utilisées comportent l'électrode à l'argent/chlorure d'argent et l'électrode au calomel saturé. Les potentiels de ces électrodes à 25 °C par rapport à l'électrode normale à hydrogène à 25 °C sont donnés dans l'Annexe C.

6 Éprouvettes

- 6.1 Toute géométrie d'éprouvette compatible avec le porte-éprouvette peut être utilisée.
- 6.2 La surface soumise à essai doit être au minimum de 1 cm².
- 6.3 Le fini de surface doit être reproductible.

7 Étalonnage de la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution

7.1 Il peut y avoir un gradient de température entre la masse de la solution et la surface de l'éprouvette. Un essai doit être réalisé pour étalonner la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution. L'étalonnage doit être réalisé selon le mode opératoire mis en œuvre pour l'essai de température critique de piqûration décrit dans l'Article 8, à l'exception du fait qu'aucun contrôle ou mesurage du potentiel d'électrode de l'éprouvette n'est requis.

7.2 Les dimensions et la géométrie de l'éprouvette, le volume de solution, la vitesse d'agitation et la vitesse d'augmentation de la température doivent être les mêmes pour l'essai d'étalonnage que pour l'essai de température critique de piqûration.

7.3 La température de l'éprouvette doit être mesurée en installant à l'intérieur un dispositif approprié de mesure de la température, aussi près que possible (< 1 mm) de la surface de l'éprouvette en contact avec la solution. Le dispositif de mesure doit être placé au centre de l'éprouvette.

7.4 L'étalonnage de la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution doit être réalisé en procédant à des mesurages de la température de la solution et de la température correspondante de l'éprouvette, tout en augmentant la température de la solution principale à la vitesse d'augmentation linéaire. Les mesurages doivent être effectués à intervalles de 10 °C maximum dans la plage de températures étudiée.

7.5 La formule d'étalonnage de la température de l'éprouvette doit être calculée en se fondant sur une analyse de régression linéaire.

7.6 L'exactitude de mesure de la température de l'éprouvette, basée sur les résultats de l'étalonnage, doit être de $\pm 1,0$ °C.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des électrodes de référence

8.1.1 Mesurer la différence de potentiel entre l'électrode de référence et deux autres électrodes de validation. Ces électrodes doivent être traçables par rapport à l'électrode normale à hydrogène et être utilisées et conservées uniquement en vue de la validation. Si la différence de potentiel est supérieure à 3 mV, rejeter l'électrode d'essai.

8.1.2 Conserver les électrodes de validation dans des conditions optimales et régulièrement comparées. Si la différence de potentiel entre elles varie de plus de 1 mV, il faut les remplacer.

8.2 Préparation de l'éprouvette

8.2.1 La préparation de l'éprouvette doit assurer un fini de surface bien défini.

Le temps écoulé entre le polissage et l'immersion peut influencer sur le comportement ultérieur à l'amorçage de piqûre. La durée choisie dépendra du but de l'essai, mais il convient de la normaliser pour une série d'essais

particulière. Il se produit une légère variation de l'épaisseur du film superficiel après 24 h. Par conséquent, une journée est la durée minimale requise.

8.2.2 Nettoyer l'éprouvette immédiatement avant immersion dans la solution en la dégraissant, la rinçant dans de l'eau de haute pureté (ayant une conductivité inférieure à $1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}$), puis dans de l'éthanol ou un solvant analogue, et enfin en la séchant à l'air. Après dégraissage, il faut veiller à ne pas contaminer la surface d'essai de l'éprouvette.

8.3 Préparation de la solution

8.3.1 Préparer la solution en utilisant des produits chimiques de qualité réactif et de l'eau de haute pureté.

8.3.2 L'Annexe A donne des indications sur le choix de la solution pour des aciers austénitiques et autres aciers inoxydables.

8.4 Réalisation de l'essai

8.4.1 Mesurer l'aire exposée de la surface de l'éprouvette.

8.4.2 Pour les matériaux dont la température critique de piqûration est $< 40 \text{ }^\circ\text{C}$ ou inconnue, l'augmentation linéaire de température doit démarrer à $(0 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$. Dans ce cas, la solution doit être refroidie à $\leq 3 \text{ }^\circ\text{C}$ avant de remplir la cellule d'essai. Pour ce faire, il est possible de placer un b cher de solution dans un bain de glace. En cas d'utilisation d'une cellule d'essai   double paroi, il convient d'assurer un recyclage du liquide refroidi   $< 3 \text{ }^\circ\text{C}$ dans l'enceinte ext rieure de la cellule d'essai avant d'ajouter la solution d'essai.

8.4.3 Pour les matériaux dont la température critique de piq ration est $> 40 \text{ }^\circ\text{C}$, l'augmentation lin aire de temp rature doit d marrer   une temp rature $< 30 \text{ }^\circ\text{C}$.

8.4.4 Placer l' prouvette, la contre- lectrode et le pont salin dans la cellule d'essai qui doit ensuite  tre remplie de solution. Il est important de s'assurer que le pont salin est rempli de solution d'essai et exempt de bulles d'air, notamment dans l'espace restreint   l'extr mit . Une m che, ou un dispositif  quivalent, peut  tre plac (e) dans le pont salin afin d'assurer le contact  lectrique, m me en cas de formation de petites bulles de gaz au cours de l'essai.

8.4.5 Agiter la solution en permanence tout au long de l'essai. Pour ce faire, il est possible d'utiliser un agitateur m canique ou simplement d'insuffler des bulles de gaz inerte dans la solution,   une vitesse contr l e.

8.4.6 Relier les  lectrodes au potentiostat et   l'enregistreur et assurer les connexions pour le mesurage et le contr le de la temp rature. Le potentiel ne doit pas  tre appliqu    l' prouvette tant que la temp rature de la solution n'est pas rest e stable pendant 600 s au minimum   $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ de la temp rature d'essai initiale de consigne.

8.4.7 Enregistrer le potentiel   circuit ouvert de l' prouvette d'essai et appliquer ensuite le potentiel anodique de consigne   l' prouvette. L'Annexe A donne des indications sur le choix du potentiel.

8.4.8 Lorsque le potentiel a  t  appliqu  pendant 60 s ou plus, augmenter la temp rature de l' prouvette   une vitesse contr l e. La vitesse d'augmentation de la temp rature de la solution, requise pour obtenir la vitesse de consigne d'augmentation de la temp rature de l' prouvette, peut  tre calcul e   partir de la formule d' talonnage de la temp rature de l' prouvette. L'Annexe A donne des indications sur le choix de la vitesse d'augmentation de la temp rature pour les aciers inoxydables aust nitiques et duplex.

8.4.9 Surveiller le courant et la temp rature de la solution tout au long de l'essai. La vitesse minimale d' chantillonnage doit  tre de 10 relev s   la minute.

8.4.10 La temp rature critique de piq ration est d finie comme  tant la temp rature au niveau de laquelle la densit  du courant atteint $100 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ puis se maintient au-dessus de ce niveau pendant au moins 60 s.