
**Céramiques techniques —
Détermination de la résistance
à l'oxydation des céramiques
monolithiques sans oxyde**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Determination of oxidation resistance of non-oxide monolithic
ceramics*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20509:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7972ad0b-5577-4fc7-b4c4-236e4a8d8d85/iso-20509-2003>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20509:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7972ad0b-5577-4fc7-b4c4-236e4a8d8d85/iso-20509-2003>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2003

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Appareillage	2
5 Éprouvettes	3
6 Mode opératoire d'essai	4
6.1 Mesurage des dimensions et de la masse des éprouvettes	4
6.2 Cuisson dans le four d'oxydation	4
6.3 Essai d'oxydation	4
6.3.1 Matériaux à haute résistance à l'oxydation	4
6.3.2 Matériaux à faible résistance à l'oxydation	5
6.4 Sélection des conditions d'essai	5
6.5 Mesurage des variations de masse et dimensionnelles	5
6.6 Mesurage de la résistance en flexion	5
6.7 Caractéristiques particulières	6
7 Calculs	6
7.1 Résistance en flexion	6
7.2 Variation de masse	6
7.3 Variation dimensionnelle nominale	7
8 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Informations utiles	9
Annexe B (informative) Évaluation interlaboratoires de la méthode d'essai	11
Bibliographie	14

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/IEC, 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 attirée 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 brevets.

L'ISO 20509 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20509:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7972ad0b-5577-4fc7-b4c4-236e4a8d8d85/iso-20509-2003>

Céramiques techniques — Détermination de la résistance à l'oxydation des céramiques monolithiques sans oxyde

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit la méthode d'essai permettant de déterminer la résistance à l'oxydation des céramiques monolithiques sans oxyde, telles que le nitrure de silicium, le Sialon¹⁾ et le carbure de silicium, à des températures élevées. La présente Norme internationale est destinée à fournir une évaluation des variations de masse et de dimensions des éprouvettes après oxydation à haute température dans une atmosphère oxydante, et à évaluer si l'oxydation a un effet significatif sur la résistance ultérieure. Cette méthode d'essai peut être utilisée pour le développement des matériaux, le contrôle de la qualité, la caractérisation et la génération de données de conception.

2 Références normatives

Les documents ci-après sont des références normatives indispensables à 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 3611:1978, *Micromètres d'extérieur*.

ISO 6906:1984, *Pieds à coulisse à vernier au 1/50 mm*.

ISO 7500-1:—,²⁾ *Matériaux métalliques — Étalonnage et vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction/compression — Étalonnage et vérification du système de mesure de force*

ISO 14704:2000, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de résistance en flexion des céramiques monolithiques à température ambiante*.

IEC 60584-1:1995, *Couples thermoélectriques — Partie 1: Tables de référence*.

IEC 60584-2:1989, *Thermocouples — Part 2: Tolerances (disponible en anglais seulement)*.

3 Termes et définitions

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

3.1

résistance à l'oxydation

résistance à l'oxydation d'un matériau céramique sans oxyde en raison d'une réaction avec l'oxygène de l'atmosphère environnante, y compris toute réaction interne résultant de la présence d'une porosité ouverte ou de la diffusion d'ions vers ou depuis la surface de la céramique

3.2

résistance en flexion

contrainte nominale maximale au point de rupture d'une éprouvette élastique spécifiée chargée en flexion

1) Parfois également écrit SiAlON, Sialon est l'acronyme d'une céramique qui contient du silicium, de l'aluminium, de l'oxygène et de l'azote.

2) Publication à venir. (Révision de l'ISO 7500-1:1999).

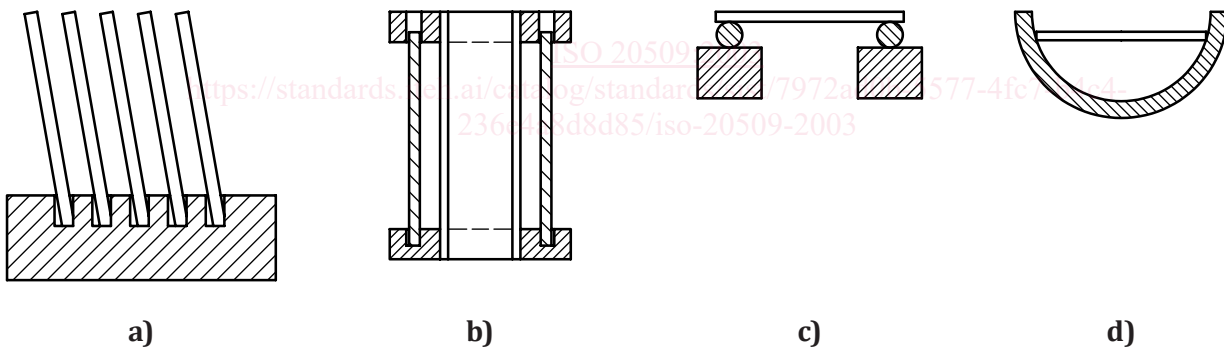
4 Appareillage

4.1 Four à haute température, par exemple tout four à atmosphère appropriée ayant une capacité de température nominale d'au moins 1 500 °C.

La chambre du four doit disposer d'une entrée permettant une alimentation suffisante en gaz d'oxydation pour s'assurer que l'atmosphère ne stagne pas et ne devient pas déficiente en oxygène. La température doit pouvoir être augmentée à celle exigée pour les essais à une température minimale de 5 °C min⁻¹, maintenue à plus de ±5 °C à toutes les températures d'oxydation, et refroidie à une température comprise entre 5 °C min⁻¹ et 800 °C. Avant de commencer les essais d'oxydation, la chambre du four doit être chauffée en utilisant la même atmosphère que celle proposée pour les essais et à une température au moins aussi élevée que la température d'essai d'oxydation prévue pendant une durée d'au moins 10 h afin d'éliminer les contaminants.

4.2 Support ou socle, pour les essais d'oxydation.

Les éprouvettes doivent être soutenues par des techniques qui réduisent le plus possible la surface de contact, le degré d'adhérence et l'étendue de la réaction avec l'éprouvette (voir la [Figure 1](#)). De préférence, il convient de n'utiliser que le point ou la ligne de contact. Tout contact entre les supports et les zones de surface de l'éprouvette à soumettre ultérieurement au contact des rouleaux de chargement pour les essais de résistance en flexion doit être évité. Des exemples de méthodes de support appropriées incluent l'utilisation d'un bloc percé d'orifices d'une profondeur inférieure ou égale à 3 mm, de sorte que les éprouvettes puissent tenir pratiquement à la verticale avec un minimum de contact entre les extrémités et les bords. Les échantillons peuvent également être placés sur des supports horizontaux sur des rouleaux de carbure de silicium ou de mullite, sur des fils de platine de petit diamètre, suspendus ou reposant sur une surface céramique non réactive propre, ou sur des demi-anneaux qui peuvent être découpés dans des tubes en céramique (alumine, mullite, carbure de silicium ou nitrure de silicium).



- a) bloc réfractaire percé d'orifices de taille appropriée, adapté à un four à moufle;
- b) système de support adapté à un four tubulaire vertical, basé sur des tubes et des disques percés d'orifices;
- c) paire de tiges parallèles soutenues, espacées près des extrémités des éprouvettes et avec un espace adéquat en dessous, adaptée à un four à moufle;
- d) éprouvette supportée par ses extrémités sur un demi-anneau en céramique.

Figure 1 — Exemples de systèmes de support pour les éprouvettes d'essai de résistance en flexion

NOTE 1 Il peut être nécessaire d'effectuer certaines évaluations préliminaires pour s'assurer que le matériau de support est suffisamment non réactif pour ne pas contribuer de manière significative aux variations de masse de l'échantillon.

NOTE 2 Les matériaux candidats pour supporter les éprouvettes comprennent le carbure de silicium, la mullite, le fil de platine et l'alumine. Le carbure de silicium et la mullite peuvent être les matériaux les plus appropriés. L'alumine peut réagir avec les éprouvettes et le platine est inapproprié pour les céramiques sans oxyde contenant des éléments métalliques libres, tels que le carbure de silicium contenant du silicium.

4.3 Étuve capable de maintenir une température de 105 °C à 120 °C.

4.4 Machine d'essai de résistance en flexion capable d'appliquer une vitesse de traverse uniforme. La machine d'essai doit être conforme à la classe 1 de l'ISO 7500-1:—, avec une précision de 1 % de la charge indiquée à la rupture.

4.5 Montage d'essai de résistance en flexion, avec une configuration de flexion en trois ou quatre points conformément à 5.2 de l'ISO 14704:2000. Le montage recommandé est complètement articulé et suit une configuration en quatre points-1/4 de point, avec les deux roulements extérieurs à une distance de 40 mm. La longueur totale correspondante de l'éprouvette est ≥ 45 mm.

4.6 Micromètre, tel que représenté dans l'ISO 3611:1978, mais avec une résolution de 0,002 mm pour mesurer les dimensions de l'éprouvette. Le micromètre doit avoir des faces de mesure à touche fixe telles qu'indiquées dans l'ISO 3611:1978. Le micromètre ne doit pas comporter de pointe arrondie ou affûtée, car cela pourrait endommager l'éprouvette. D'autres instruments de mesure des dimensions peuvent être utilisés à condition qu'ils aient une résolution de 0,002 mm ou plus fine.

4.7 Pied à coulisse à vernier, d'une résolution de 0,05 mm ou plus fine pour mesurer la longueur de l'éprouvette, conformément à l'ISO 6906. D'autres instruments de mesure des dimensions peuvent être utilisés à condition qu'ils aient une résolution de 0,05 mm ou plus fine.

4.8 Balance capable de peser jusqu'à 200 g, avec une sensibilité d'au moins 0,05 mg.

4.9 Thermocouple de type R ou de type S conformément à l'IEC 60584-2, permettant l'utilisation du tableau d'étalonnage donné dans l'IEC 60584-1.

5 Éprouvettes

Si les variations de résistance doivent être déterminées, des éprouvettes d'essai de résistance en flexion conformes à l'Article 6 de l'ISO 14704:2000 doivent être utilisées. Les éprouvettes normalisées doivent avoir des dimensions de section transversale de 3,00 mm \pm 0,20 mm d'épaisseur et de 4,00 mm \pm 0,20 mm de largeur. La longueur doit être supérieure à 35 mm pour les montages d'essai de 30 mm ou supérieure à 45 mm pour les montages d'essai de 40 mm. Toutes les surfaces doivent être usinées et les bords doivent être arrondis ou chanfreinés. Tout mode opératoire d'usinage et la qualité de surface des éprouvettes doivent être consignés dans le rapport d'essai. Le nombre minimal d'éprouvettes doit être de 10 pour chaque condition d'oxydation à soumettre à essai, plus 10 éprouvettes comme témoin non oxydé. Des moyens doivent être mis en place pour identifier individuellement les éprouvettes similaires, mais ils ne doivent pas être marqués ou rayés d'une manière qui pourrait affecter le résultat de l'essai. Si les variations de résistance n'ont pas à être déterminées, des éprouvettes de n'importe quelle taille et n'importe quelle forme peuvent être utilisées.

Les éprouvettes doivent être propres et exemptes de résidus de préparation et de contaminations dues à la manipulation susceptibles d'influencer le mesurage de la masse initiale et/ou le taux d'oxydation. Le mode opératoire de nettoyage des éprouvettes doit être indiqué dans le rapport d'essai.

Pour les matériaux ne présentant pas de porosité ouverte significative et contaminés par des résidus de manipulation et/ou par des résidus de refroidissement après montage ou usinage, immerger les éprouvettes dans de l'éthanol dans un bain à ultrasons et agiter pendant au moins 10 min. Afin d'éviter les dommages, les éprouvettes ne doivent pas pouvoir entrer en contact les unes avec les autres ni avec une surface dure pendant cette opération. Pour les matériaux présentant une porosité ouverte, les résidus organiques entraînés à l'intérieur peuvent uniquement être éliminés par chauffage à l'air.

La température maximale à laquelle il convient de procéder dépend du type de matériau, mais une température comprise entre 500 °C et 600 °C pendant au moins 1 h est exigée pour oxyder les résidus carbonés. Les matériaux contenant intentionnellement du carbone libre doivent être traités à une température maximale de 350 °C afin d'éviter l'oxydation.

6 Mode opératoire d'essai

6.1 Mesurage des dimensions et de la masse des éprouvettes

Pour les éprouvettes d'essai de résistance en flexion, mesurer la largeur, b , et l'épaisseur h de chaque éprouvette en plusieurs endroits à l'aide du micromètre (4.5) avec une résolution de 0,002 mm. Mesurer la longueur totale, L_T , à l'aide des pieds à coulisse (4.6) avec une résolution de 0,05 mm. Pour les autres formes d'éprouvette, mesurer les dimensions pertinentes en plusieurs endroits différents (par exemple, le diamètre et l'épaisseur d'un disque). Laver et dégraisser les éprouvettes (voir l'Article 5). Placer dans l'étuve (4.3) et chauffer à une température de 105 °C à 120 °C jusqu'à ce que leur masse soit constante. Retirer et conserver dans un dessiccateur. Une fois refroidies à température ambiante, peser chacune des éprouvettes à 0,05 mg près à l'aide de la balance (4.7). Conserver dans le dessiccateur jusqu'à l'essai.

6.2 Cuisson dans le four d'oxydation

Sauf s'ils sont utilisés pour un mesurage similaire juste avant l'essai, conditionner préalablement le four (4.1) et le système de support d'éprouvette (4.2) à une température supérieure ou égale à celle prévue pour l'essai d'oxydation sous l'atmosphère gazeuse en circulation prévue. Cette température maximale doit être maintenue pendant une durée d'au moins 10 h.

6.3 Essai d'oxydation

6.3.1 Matériaux à haute résistance à l'oxydation

6.3.1.1 Placer les éprouvettes sur leurs supports (4.2) au centre de la zone chaude du four (4.1) en laissant un espace suffisant entre les éprouvettes et leurs supports pour permettre une circulation adéquate de l'air. S'assurer que le contact avec les supports est réduit le plus possible (voir la Figure 1). Les contacts doivent toujours se trouver à des emplacements situés en dehors de la portée extérieure utilisée pour l'essai de flexion. L'espacement minimal entre les éprouvettes ainsi qu'entre une éprouvette et les éléments du four doit être de 5 mm.

NOTE 1 Il est préférable que chaque lot d'au moins 10 éprouvettes par condition d'oxydation soit exposé en même temps dans la même installation. Une exposition séparée à des moments différents peut donner lieu à des résultats légèrement différents.

NOTE 2 Il convient d'augmenter l'espacement minimal entre les composants ou les éprouvettes soumis à essai en augmentant la taille du composant ou de l'éprouvette afin d'assurer un écoulement fluide du gaz entre les surfaces oxydantes voisines.

6.3.1.2 Positionner un thermocouple de type R ou de type S (4.8) conformément à l'IEC 60584-2 à côté des éprouvettes afin de surveiller la température de ces dernières pendant la période d'oxydation. Fermer le four.

6.3.1.3 Introduire le gaz oxydant à un débit suffisant pour assurer la circulation de l'air à l'intérieur de la cavité du four et autour des éprouvettes de manière à éviter la stagnation et l'appauvrissement en oxygène, sans toutefois utiliser un débit entraînant une température de four hétérogène ou fluctuante. Pour les essais à l'air normal, un écoulement naturel de l'air à travers la cavité du four doit être facilité. Il est à noter qu'un débit de gaz entre 0,5 et 50 variations de volume par heure, mais d'au moins 0,1 variation par heure, est recommandé.

6.3.1.4 Chauffer le four à la température d'essai indiquée par le thermocouple de mesure adjacent aux éprouvettes. Maintenir cette température à 5 °C près pendant la période d'oxydation exigée. Refroidir le four à la vitesse maximale de refroidissement du four, retirer soigneusement les éprouvettes de leurs supports et les placer dans un dessiccateur. Pour éviter toute contamination, ne pas toucher les éprouvettes avec les doigts nus avant de procéder au pesage final. S'assurer que les dépôts libres à la surface des éprouvettes restent aussi intacts que possible.

6.3.2 Matériaux à faible résistance à l'oxydation

Le mode opératoire décrit en [6.3.1](#) peut également être utilisé pour les essais de matériaux ayant une faible résistance à l'oxydation ou ceux produisant des produits d'oxydation à faible fusion, tels que le B_2O_3 formé lors de l'oxydation des borides. Certaines modifications sont suggérées pour les échantillons qui réagissent fortement avec le montage de support ou qui se collent à celui-ci. Dans ce cas, il est recommandé d'utiliser un système supportant chaque échantillon individuel, tel que les demi-anneaux [[Figure 1 d](#))], de sorte que l'échantillon et le support puissent être pesés ensemble avant et après l'essai.

En outre, il convient d'insérer les échantillons dans un four, de les préchauffer à la température d'essai, puis de procéder à une trempe à l'air après l'essai afin de conserver l'état de la couche superficielle à température élevée pour l'évaluation microscopique à température ambiante. Néanmoins, la trempe des échantillons peut affecter la résistance du fait du choc thermique.

6.4 Sélection des conditions d'essai

Les conditions d'essai (température, atmosphère, durée, etc.) doivent être choisies en fonction des exigences techniques de réalisation de l'essai et après accord entre les parties.

NOTE 1 La condition d'essai recommandée pour les nitrures de silicium et les Sialons est de 1 300 °C pendant 100 h ou 200 h, et celle pour les carbures de silicium et les qualités avancées de nitrures de silicium est de 1 400 °C pendant 100 h ou 200 h. De telles conditions permettent de distinguer facilement les performances de matériaux similaires.

ISO 20509:2003

NOTE 2 Le comportement à l'oxydation des autres céramiques sans oxyde (telles que les borides, les carbures, les nitrures et les silicides) varie considérablement et il convient de sélectionner les conditions d'essai sur la base d'expériences préliminaires. Il convient de documenter soigneusement les résultats d'essai dans le rapport.

6.5 Mesurage des variations de masse et dimensionnelles

Peser les éprouvettes individuellement avec leurs produits d'oxydation adhérents à 0,05 mg près. Peser séparément tous les produits d'effritement détachés. Si les produits d'effritement de l'essai individuel ne peuvent pas être pesés séparément, les peser ensemble. Le cas échéant, mesurer à nouveau les dimensions extérieures des éprouvettes pour déterminer la présence de variations dimensionnelles.

NOTE Il n'est généralement pas possible de mesurer l'effritement qui adhère au four ou aux parties de support des éprouvettes ou réagit avec ceux-ci.

6.6 Mesurage de la résistance en flexion

Mesurer la résistance en flexion des éprouvettes oxydées et des éprouvettes témoins conformément à l'Article 7 de l'ISO 14704:2000. Si la nature de la surface oxydée doit être modifiée afin de réaliser les essais de résistance, cela doit être mentionné dans le rapport.

NOTE 1 Il convient d'utiliser un montage complètement articulé pour les mesurages de résistance en flexion des éprouvettes oxydées, car elles peuvent ne pas satisfaire aux exigences de parallélisme indiquées dans l'ISO 14704 pour l'utilisation d'un montage semi-articulé.

NOTE 2 Un montage semi-articulé peut être utilisé si les exigences de parallélisme sont satisfaites. L'une des surfaces d'une pièce en état d'oxydation peut être usinée pour aider à réduire le plus possible les effets de torsion ou de gauchissement. Il convient de placer la surface usinée en contact avec les roulements intérieurs (côté compression de l'éprouvette) pendant les essais.

6.7 Caractéristiques particulières

Noter tout élément particulier associé à l'état des surfaces oxydées, à l'aspect des sections transversales rompues, etc.

NOTE L'analyse de phase de la couche d'oxyde à l'aide d'une technique de diffraction des rayons X et l'observation de la microstructure de la couche d'oxyde dans la section transversale par microscopie électronique à balayage peuvent être des méthodes de caractérisation utiles.

7 Calculs

7.1 Résistance en flexion

Si la résistance en flexion a été mesurée, calculer la résistance en flexion à l'aide de la formule pertinente pour le type de gabarit, qu'il s'agisse de flexion en trois points ou en quatre points, conformément à l'ISO 14704. Calculer la résistance moyenne et l'écart-type pour le lot témoin et pour chaque condition d'oxydation. Consigner dans le rapport les portées extérieure et intérieure et si le montage est semi-articulé ou totalement articulé.

7.2 Variation de masse

Si la variation de masse est exigée, calculer la variation de masse par unité de surface nominale de l'éprouvette (C) conformément à la formule:

$$C = \frac{W_f - W_i}{A} \quad (1)$$

où

W_f et W_i sont respectivement la masse finale et la masse initiale de l'éprouvette, exprimées en grammes;

A est la surface extérieure nominale de l'éprouvette basée sur les dimensions initiales, exprimée en mètres carrés.

Calculer le résultat moyen et l'écart-type pour chaque condition d'oxydation employée.

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (2)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \quad (3)$$

où

\bar{C} est la valeur moyenne;

n est le nombre total d'éprouvettes;

S est l'écart-type.

NOTE Si le matériau est poreux et s'il s'est oxydé à l'intérieur, il peut être plus approprié d'exprimer le comportement à l'oxydation sous forme de variation de masse par unité de volume ou de pourcentage de variation de masse. Dans les deux cas, ces calculs sont des moyennes pour l'éprouvette et ne reflètent pas les variations spatiales du comportement à l'oxydation au sein de l'éprouvette.

7.3 Variation dimensionnelle nominale

Si la variation de dimensions est exigée, calculer les variations absolues des dimensions linéaires b et h , et les exprimer en mm:

$$\Delta h = h_f - h_i \quad (4)$$

$$\Delta b = b_f - b_i \quad (5)$$

où

h_f est l'épaisseur finale de l'éprouvette, exprimée en millimètres;

h_i est l'épaisseur initiale de l'éprouvette, exprimée en millimètres;

b_f est la largeur finale de l'éprouvette, exprimée en millimètres;

b_i est la largeur initiale de l'éprouvette, exprimée en millimètres.

Calculer la variation absolue moyenne et l'écart-type pour chaque condition d'oxydation.

$$\overline{\Delta h} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta h_i}{n} \quad (6)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta h_i - \overline{\Delta h})^2}{n-1}} \quad (7)$$

$$\overline{\Delta b} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta b_i}{n} \quad (8)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta b_i - \overline{\Delta b})^2}{n-1}} \quad (9)$$

où

$\overline{\Delta h}$ et $\overline{\Delta b}$ sont les valeurs moyennes;

n est le nombre total d'éprouvettes;

S est l'écart-type.

8 Rapport d'essai

Les résultats des essais d'oxydation doivent inclure les éléments suivants:

- a) le nom et l'adresse du laboratoire qui effectue les essais;
- b) la date de l'essai, une identification unique du rapport d'essai et de chacune de ses pages, le nom et l'adresse du client et le signataire du rapport d'essai;