

ISO/TC 206

Date : ~~2023-09-03; 2005-11~~

ISO 17092:2005(F)

ISO/TC 206

Secrétariat: JISC

Céramiques techniques — Détermination de la résistance à la corrosion des céramiques  
monolithiques dans des solutions acides et alcalines

~~Fine ceramics [advanced ceramics, advanced technical ceramics] — Determination of  
corrosion resistance of monolithic ceramics in acid and alkaline solutions~~

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17092:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b06eccc9-34a1-4b6b-9717-2fe9634f0c4c/iso-17092-2005>

© ISO 2005, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Ch. de Blandonnet 8 • CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

[www.iso.org](http://www.iso.org)

Formatted

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17092:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b06eccc9-34a1-4b6b-9717-2fe9634f0c4c/iso-17092-2005>

**Sommaire**

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Appareillage</b> .....	2
5 <b>Solutions d'essai</b> .....	3
6 <b>Éprouvettes</b> .....	3
7 <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	3
8 <b>Calculs</b> .....	4
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	5
<b>Annexe A (informative) Informations d'ordre général</b> .....	7
<b>Annexe B (informative) Évaluation interlaboratoires de la méthode d'essai</b> .....	8
<b>Bibliographie</b> .....	10

ISO 17092:~~2023~~2005(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 (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 propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17092 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17092:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b06eccc9-34a1-4b6b-9717-2fe9634f0c4c/iso-17092-2005>

# Céramiques techniques — Détermination de la résistance à la corrosion des céramiques monolithiques dans des solutions acides et alcalines

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit la méthode d'essai permettant de déterminer la résistance à la corrosion des céramiques techniques dans des solutions acides ou alcalines, telles que des solutions d'acide sulfurique ou d'hydroxyde de sodium. La présente Norme internationale est destinée à permettre une évaluation des variations de masse et de dimensions d'éprouvettes ayant été soumises à un essai de corrosion par immersion dans des liquides corrosifs, ainsi qu'une évaluation de l'effet plus ou moins prononcé de la corrosion sur la résistance ultérieure desdites éprouvettes. La présente méthode d'essai peut être utilisée à des fins de développement de matériaux, de contrôle de la qualité, de caractérisation et de génération de données de conception.

NOTE Dans la présente norme, les unités et valeurs numériques indiquées entre accolades, { }, correspondent aux unités traditionnelles et sont données à titre informatif.

## 2 Références normatives

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).

~~<std>ISO 3611, Micromètres d'extérieur</std>~~

~~<std>ISO 3611, Micromètres d'extérieur~~

~~ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai</std>~~

~~<std>ISO 4287, Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface; Méthode du profil — Termes, définitions et paramètres d'état de surface</std>~~

~~<std>ISO 6353-2, Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série</std>~~

~~<std>ISO 6906, Pieds à coulisse à vernier au 1/50 mm</std>~~

~~<std>ISO 6906, Pieds à coulisse à vernier au 1/50 mm~~

~~ISO 7500-1, 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</std>~~

~~<std>ISO 14704:2000, Céramiques techniques — Méthode d'essai de résistance en flexion des céramiques monolithiques à température ambiante</std>~~

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

### 3 Termes et définitions

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

#### 3.1

##### **résistance à la corrosion**

propriété d'un matériau de céramique technique à résister à la corrosion due à une réaction avec des espèces corrosives présentes dans l'environnement ambiant, y compris des réactions chimiques au niveau des joints de grains et des phrases

#### 3.2

##### **résistance à la flexion**

contrainte nominale maximale appliquée à la rupture d'une poutre élastique spécifiée soumise à une charge en flexion

### 4 Appareillage

**4.1 Appareil d'essai de corrosion**, par exemple tout dispositif permettant de maintenir la solution d'essai dans un état d'ébullition modérée et, également, à une concentration constante.

Le récipient d'essai doit être en verre ou en polytétrafluoroéthylène et doit avoir une capacité d'un litre (1 l) environ. Il convient que le récipient d'essai soit connecté, par un joint rodé conique, à un réfrigérant vertical en verre doté d'une surface de refroidissement suffisante. L'appareil d'essai doit être équipé d'un thermomètre permettant de surveiller la température de la solution. Une forte ébullition pouvant provoquer des dommages mécaniques sur les éprouvettes, un « état d'ébullition modérée » est à privilégier.

NOTE 1 Un dispositif tel qu'un panier ou un système de fils de suspension, résistant au milieu corrosif, peut être utilisé pour éviter tout contact entre les éprouvettes et pour les tenir à distance du récipient.

Sinon, les éprouvettes peuvent être placées dans un récipient de digestion muni d'une garniture en PTFE et contenant le réactif; une fois le récipient hermétiquement fermé, les éprouvettes sont chauffées à la température d'essai requise. L'utilisation de cette méthode, le cas échéant, doit être consignée dans le rapport d'essai.

NOTE 2 Il est question d'« ébullition modérée » lorsque la quantité de bulles (vapeur) formées dans le liquide et la fréquence de leur formation sont suffisamment faibles pour éviter tout déplacement des éprouvettes.

**4.2 Dispositif de séchage, par exemple un four**, permettant de chauffer les éprouvettes jusqu'à masse constante en maintenant une température comprise entre 105 °C et 120 °C.

**4.3 Machine d'essai de résistance à la flexion**, permettant d'appliquer une vitesse uniforme à la traverse. La machine d'essai doit être conforme à l'ISO 7500-1 et la force appliquée à la rupture doit pouvoir être indiquée à 1 % près.

**4.4 Dispositif d'essai de résistance à la flexion**, répondant à la configuration en flexion trois points ou quatre points conformément au paragraphe 5.2 de l'ISO 14704:2000.

NOTE Le dispositif recommandé est entièrement articulé et répond à la configuration quatre points 1/4 de point, les deux cylindres extérieurs étant espacés d'une distance de 40 mm. La longueur totale correspondante de l'éprouvette est de 45 mm au minimum.

**4.5 Micromètre**, tel que spécifié dans l'ISO 3611, mais d'une résolution de 0,002 mm, pour mesurer les dimensions de l'éprouvette. Le micromètre doit présenter des touches fixes plates telles que celles qui

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

sont illustrées dans l'ISO 3611. Il ne doit comprendre ni pointe sphérique ni pointe affûtée susceptible d'endommager l'éprouvette. L'utilisation d'autres instruments de mesure de longueurs est admise, à condition que leur résolution soit d'au moins 0,002 mm.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

**4.6 Pied à coulisse à vernier**, conforme à l'ISO 6906, d'une résolution d'au moins 0,05 mm, pour mesurer la longueur de l'éprouvette. L'utilisation d'autres instruments de mesure de longueurs est admise, à condition que leur résolution soit d'au moins 0,05 mm.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

**4.7 Balance**, d'une précision d'au moins 0,1 mg.

## 5 Solutions d'essai

Une solution d'acide sulfurique ou une solution d'hydroxyde de sodium est utilisée pour l'essai. Pour la solution d'acide sulfurique: préparer une solution de concentration  $3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  {6 N} avec un réactif certifié, tel que spécifié dans l'ISO 6353-2, et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée, telle que spécifiée dans l'ISO 3696. Pour la solution d'hydroxyde de sodium: préparer une solution de concentration  $6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  {6 N} avec un réactif certifié, tel que spécifié dans l'ISO 6353-2, et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée. Pour d'autres solutions que celles d'acide sulfurique ou d'hydroxyde de sodium, préparer une solution de concentration égale à  $3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ . Il est recommandé d'utiliser un volume de solution de 0,5 l pour chaque essai de corrosion.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Des précautions de sécurité appropriées doivent être mises en place lors de la préparation et de la manipulation de ces solutions.

## 6 Éprouvettes

Les éprouvettes destinées à l'essai de corrosion doivent être préparées conformément à l'Article 6 de l'ISO 14704:2000. Les éprouvettes normales doivent avoir une section transversale de  $(3,00 \pm 0,20)$  mm d'épaisseur et de  $(4,00 \pm 0,20)$  mm de largeur. Elles doivent mesurer plus de 35 mm de longueur si elles sont utilisées avec un dispositif d'essai de 30 mm de portée entre appuis, et plus de 45 mm de longueur dans le cas d'un dispositif d'essai de 40 mm de portée. Toutes les surfaces doivent être usinées et la rugosité de surface, telle que définie dans l'ISO 4287, ne doit pas être supérieure à  $0,2 \mu\text{m}$ , Ra. Les arêtes doivent être arrondies ou chanfreinées. Le procédé d'usinage utilisé et la qualité de surface des éprouvettes doivent être consignés. Dix éprouvettes au minimum doivent être utilisées pour chaque condition de corrosion de l'essai et au moins dix éprouvettes doivent être utilisées pour les mesurages de la résistance à la flexion avant l'essai de corrosion. Des éprouvettes similaires doivent pouvoir être identifiées individuellement mais ne doivent pas pour autant comporter de marquage ou d'impression susceptible de nuire au résultat de l'essai. Si l'essai ne vise pas à déterminer des variations de résistance, des éprouvettes de n'importe quelles dimensions et de n'importe quelle forme peuvent être utilisées.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

NOTE Une marque au crayon à mine graphite peut constituer un moyen de marquage approprié pour la plupart des types d'éprouvettes.

## 7 Mode opératoire d'essai

### 7.1 Mesurage des dimensions et pesée des éprouvettes

Mesurer la largeur ( $b$ ) et l'épaisseur ( $h$ ) de chaque éprouvette en plusieurs endroits à l'aide du micromètre (4.5) de résolution 0,002 mm. Mesurer la longueur totale ( $L_T$ ) à l'aide du pied à coulisse à vernier (4.6) de résolution 0,05 mm. Pour d'autres formes d'éprouvettes, mesurer les dimensions

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

pertinentes à plusieurs endroits différents (par exemple, le diamètre et l'épaisseur d'un disque). Laver et dégraisser les éprouvettes. Les introduire dans le four (4.2) et les chauffer à une température comprise entre 105 °C et 120 °C jusqu'à masse constante. Sortir les éprouvettes et les placer dans un dessiccateur. Après les avoir laissées refroidir à température ambiante, peser chaque éprouvette, à 0,1 mg près, à l'aide de la balance (4.7); les replacer ensuite dans le dessiccateur jusqu'à l'essai.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

NOTE Pour la plupart des céramiques techniques, les conditions de lavage et de dégraissage ont peu d'effet sur les propriétés ultérieures vis-à-vis de la corrosion, l'eau et les solvants étant éliminés au cours du traitement thermique qui suit ces opérations. Cependant, certains matériaux, par exemple le nitrure de bore ou l'alumine-bêta, peuvent être affectés par un processus de lavage. Il convient de prendre des précautions pour s'assurer qu'aucun des procédés de nettoyage utilisés n'influe sur les résultats de l'essai de corrosion.

## 7.2 Essai de corrosion

Chauffer le récipient d'essai (4.1) contenant la solution d'essai jusqu'à obtention d'un état d'ébullition modérée. Déposer ensuite doucement les éprouvettes au fond du récipient et maintenir la solution à l'état d'ébullition continue pendant 24 h. Le nombre maximal autorisé d'éprouvettes dans un récipient individuel est de dix, toutes formées du même matériau. Une solution d'essai fraîche doit être utilisée pour chaque essai. Une fois l'essai de corrosion réalisé, retirer les éprouvettes du récipient d'essai et les laver avec une quantité suffisante d'eau distillée ou déminéralisée. Sécher les éprouvettes à une température comprise entre 105 °C et 120 °C jusqu'à masse constante et les transférer aussitôt dans un dessiccateur.

Formatted: Pattern: Clear

NOTE Un soin particulier doit être apporté lors de l'ouverture du récipient et de l'introduction des éprouvettes afin d'éviter toute projection.

## 7.3 Mesurage des variations de masse et des variations dimensionnelles

Peser chaque éprouvette à 0,1 mg près. Si cela est pertinent, mesurer à nouveau les dimensions extérieures des éprouvettes afin de déterminer les variations dimensionnelles.

NOTE L'exactitude des valeurs obtenues lors du second mesurage des dimensions des éprouvettes dépend de la nature et de l'étendue de la corrosion, notamment de la densité de piqûre ou de la formation d'une peau. Sur des matériaux très endommagés par la corrosion, il peut s'avérer impossible d'obtenir des données dimensionnelles exactes en utilisant le micromètre. Il peut être plus avantageux de procéder à une détermination sur une section transversale résiduelle non altérée de l'éprouvette en examinant au microscope une section polie.

## 7.4 Mesurage de la résistance à la flexion

Mesurer la résistance à la flexion des éprouvettes corrodées et celle des éprouvettes de contrôle conformément à l'ISO 14704. Toute modification de la nature de la surface corrodée éventuellement requise pour la réalisation des essais de résistance doit être consignée dans le rapport d'essai.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Il convient d'utiliser un dispositif entièrement articulé (4.4) pour le mesurage de la résistance à la flexion des éprouvettes corrodées, car les exigences de parallélisme fixées dans l'ISO 14704 pour pouvoir utiliser un dispositif semi-articulé peuvent ne pas être respectées par de telles éprouvettes.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

NOTE L'utilisation d'un dispositif semi-articulé est admise si les exigences de parallélisme après exposition à la corrosion sont respectées.

## 7.5 Caractéristiques particulières

Consigner toute caractéristique particulière associée à l'état des surfaces corrodées, à l'aspect des sections transversales à l'endroit de la rupture, etc.



NOTE L'observation de la microstructure d'une section transversale de la couche corrodée par microscopie électronique à balayage et l'analyse de la couche corrodée à l'aide d'une microsonde de Castaing peuvent être des méthodes de caractérisation appropriées. Le mesurage des éléments dissous dans les solutions d'essai peut être pertinent également.

## 8 Calculs

### 8.1 Résistance à la flexion

Utiliser les modes opératoires de calcul appropriés décrits dans l'ISO 14704 pour déterminer la résistance moyenne et l'écart-type pour le lot de contrôle et pour chaque essai de corrosion. Consigner les valeurs moyennes et les écarts-types des résistances, en fournissant des précisions sur le dispositif d'essai (par exemple, les portées extérieure et intérieure et s'il s'agit d'un dispositif semi-articulé ou entièrement articulé).

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

### 8.2 Variation de masse

Calculer la variation de masse par unité de surface nominale de l'éprouvette, ( $C$ ), conformément à la formule:

$$C = \frac{m_f - m_i}{A} \quad (1)$$

où

$A$  est la surface extérieure initiale nominale de l'éprouvette, exprimée en mètres carrés, déterminée à partir des dimensions initiales (par exemple, pour des éprouvettes rectangulaires,  $A = 2bL_T + 2hL_T + 2bh$ );

$m_f$  et  $m_i$  sont, respectivement, la masse finale et la masse initiale de l'éprouvette, exprimées en grammes.

Calculer le résultat moyen et l'écart-type pour chaque essai de corrosion:

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

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

où

$\bar{C}$  est la valeur moyenne;

$s$  est l'écart-type;

$n$  est le nombre total d'éprouvettes.

NOTE Le calcul de la surface nominale ne tient pas compte de la réduction de la surface effective due au chanfreinage des arêtes longues de l'éprouvette. Si les recommandations données dans l'ISO 14704 concernant la

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

## ISO 17092:20232005(F)

dimension des chanfreins sont suivies, l'erreur est de 2 % au maximum, ce qui est faible par rapport aux autres erreurs impliquées dans la présente méthode de mesurage.

### 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) le nom et l'adresse du laboratoire d'essais;
- b) la date de l'essai, une identification unique du rapport et de chacune de ses pages, le nom et l'adresse du client, le signataire du rapport;
- c) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire l'ISO 17092;
- d) une description des conditions d'essai, y compris le nom de la solution acide ou alcaline, la qualité et la concentration de la solution, la température de corrosion et la durée de l'essai de corrosion;
- e) une description de l'appareil utilisé pour l'essai de corrosion, du matériau constitutif du récipient, de la méthode de chauffage, le cas échéant, du type d'essai de flexion, etc.
- f) une description du matériau soumis à essai (fabricant, type, numéro de lot, date de fabrication, etc.);
- g) une description détaillée de la préparation des éprouvettes, y compris les dimensions nominales et les modes opératoires de finition de surface, les modes opératoires de nettoyage, les conditions de l'essai de résistance conformément aux spécifications de l'ISO 14704; ainsi qu'une description détaillée de l'essai de corrosion, y compris le nombre d'éprouvettes utilisé pour chaque essai de corrosion et le moyen utilisé pour supporter les éprouvettes, le cas échéant;
- h) les valeurs de la masse de chaque éprouvette déterminée avant et après l'essai, la variation de masse calculée pour chaque éprouvette à chaque condition d'essai, la moyenne et l'écart-type pour chaque condition d'essai, exprimés en  $g \cdot m^{-2}$ ;
- i) l'effort de rupture pour chaque éprouvette lors des essais de résistance, exprimé en N, ainsi que la contrainte de rupture nominale calculée pour chaque éprouvette à chaque condition d'essai, exprimée en MPa (ou  $MN m^{-2}$ ), y compris la valeur antérieure à l'essai de corrosion, les résultats moyens et les écarts-types pour chaque condition;
- j) tout commentaire relatif à l'essai ou aux résultats, y compris les données d'observation de l'état de surface des éprouvettes corrodées et de la couche de corrosion, telles que les micrographies de la couche corrodée obtenues par microscopie électronique à balayage, les éléments dissous détachés de la couche corrodée et l'épaisseur de cette dernière, l'indication de toute modification de l'état de surface préalablement aux essais de résistance, le cas échéant, et la description de l'aspect des surfaces de rupture.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear