
**Corrosion des métaux et alliages —
Méthode d'essai pour les essais
d'oxydation en exposition isotherme
des matériaux métalliques dans des
environnements corrosifs à haute
température**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Corrosion of metals and alloys — Test method for isothermal-exposure
oxidation testing under high-temperature corrosion conditions for
metallic materials*

[ISO 21608:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-
82cf7174de87/iso-21608-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21608:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Méthode d'essai	2
4.1 Principe	2
4.2 Réactifs et matériaux	2
4.3 Appareillage d'essai	4
4.4 Mode opératoire	6
4.5 Détermination de la variation de masse	9
4.6 Analyse de la variation de masse	12
4.7 Évaluation post-essai des éprouvettes d'essai	13
5 Rapport	14
5.1 Éléments à décrire	14
5.2 Notes supplémentaires	15
Bibliographie	16

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 21608:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012>

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 21608 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 21608:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983-82cf7174de87/iso-21608-2012>

Corrosion des métaux et alliages — Méthode d'essai pour les essais d'oxydation en exposition isotherme des matériaux métalliques dans des environnements corrosifs à haute température

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode pour conduire les essais d'exposition de matériaux métalliques à des environnements gazeux corrosifs à haute température et en conditions isothermes continus (un seul mesurage de masse après exposition, sur chaque éprouvette d'une série d'éprouvettes sans refroidissement intermédiaire) et discontinus (série de mesurages de masse sur une seule éprouvette avec refroidissement intermédiaire à des instants prédéterminés pas nécessairement réguliers et relativement peu nombreux). Par contre, les essais cycliques d'oxydation thermique (série de mesurages de masse sur une seule éprouvette avec refroidissement régulier fréquent de manière à accélérer la corrosion à haute température) ne sont pas inclus dans la présente Norme internationale.

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).

ISO 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel: Micromètres d'extérieur* — *Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 6344-3:1998, *Abrasifs appliqués — Granulométrie — Partie 3: Détermination de la distribution granulométrique des micrograins P240 à P2500*

ISO 13385-1, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel — Partie 1: Pieds à coulisse; caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 26146, *Corrosion des métaux et alliages — Méthode d'étude métallographique d'échantillons soumis à des environnements corrosifs à haute température*

ANSI B74.12-09, *Specification for the Size of Abrasive Grain — Grinding Wheels, Polishing and General Industrial Uses*

ASTM E3-11, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*

ASTM E220-07a, *Standard Test Method for Calibration of Thermocouples By Comparison Techniques*

ASTM E230/E230M-11e1, *Standard Specification and Temperature-Electromotive Force (emf) Tables for Standardized Thermocouples*

ASTM E407-07e1, *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*

ASTM E633-00, *Standard Guide for Use of Thermocouples in Creep and Stress Rupture Testing to 1 800 °F (1 000 °C) in Air*

ASTM E1350-07, *Standard Guide for Testing Sheathed Thermocouples, Thermocouples Assemblies, and Connecting Wires Prior to, and After Installation or Service*

FEPA 43-1984 R:1993, *Grit Sizes for Coated Abrasives*

JIS R6001-98, *Bonded abrasive grain sizes*

3 Termes et définitions

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

- 3.1 calamine**
film superficiel et produits de corrosion formés à la surface de l'éprouvette d'essai par corrosion à haute température
- 3.2 calamine adhérente**
calamine adhérent à l'éprouvette d'essai après refroidissement
- 3.3 calamine desquamée**
calamine s'écaillant sur l'éprouvette d'essai
- 3.4 variation de masse totale**
variation de masse d'une éprouvette d'essai après refroidissement en incluant la calamine recueillie
- 3.5 variation de masse nette**
variation de masse d'une éprouvette d'essai après refroidissement à l'exclusion de la calamine
- 3.6 corrosion à haute température**
corrosion survenant lorsque la température est supérieure au point de rosée des phases aqueuses de l'environnement et au moins égale à 100 °C
- 3.7 breakaway**
augmentation rapide de la vitesse de corrosion après une perte du pouvoir protecteur de la calamine

4 Méthode d'essai

4.1 Principe

Pour définir la cinétique d'oxydation d'un matériau, il est nécessaire d'échantillonner plusieurs éprouvettes d'essai afin de les exposer sur des périodes d'essai différentes. Pour chaque période d'essai, il est recommandé de dupliquer les éprouvettes d'essai. Il convient de déterminer par mesurage les données d'essai au moins quatre fois avec des intervalles de temps qui augmentent progressivement (par exemple 10 h, 30 h, 100 h, 300 h, 1 000 h).

4.2 Réactifs et matériaux

4.2.1 Éprouvettes d'essai

Les éprouvettes d'essai doivent avoir la forme d'une plaque rectangulaire, d'un disque ou d'un cylindre ayant une surface minimale de 300 mm² et une épaisseur minimale de 1,5 mm.

Si les éprouvettes d'essai ne peuvent pas être fabriquées selon ces spécifications, la forme et les dimensions de l'éprouvette d'essai doivent être conformes à l'accord passé entre les parties impliquées.

Les éprouvettes d'essai doivent subir une finition par usinage de sorte que les zones affectées par la découpe soient éliminées.

La finition finale de la surface des éprouvettes d'essai doit être effectuée à l'aide de matériaux abrasifs présentant un diamètre moyen des particules d'approximativement 15 µm. Cela peut être obtenu grâce à l'utilisation d'abrasifs conformes au Tableau 1.

Si une autre finition de surface est requise par les parties impliquées, les conditions de la finition de surface doivent être décrites.

Tableau 1 — Désignation et diamètre moyen des particules d'abrasifs conformes aux normes régionales

Norme	Désignation	Diamètre moyen μm	Région
FEPA ^a 43-1984 R:1993 ISO 6344-3:1998	P1200	15,3 ± 1,0	Europe
JIS R6001-98	#1000	15,5 ± 1,0	Japon
ANSI B74.12-09	600	16,0	États-Unis

^a Federation of European Producers of Abrasives (*Fédération des fabricants européens d'abrasifs*).

Les arêtes aiguës des éprouvettes d'essai peuvent induire un comportement anormal. Celles-ci doivent être légèrement arrondies au cours des étapes finales de la préparation des éprouvettes d'essai.

La surface des éprouvettes d'essai ne doit pas être déformée par marquage, emboutissage ou entaillage. Les éprouvettes d'essai doivent être identifiées de manière unique par l'enregistrement de la position relative au sein de la chambre d'essai. Cependant il est permis de réaliser des trous pour le support des éprouvettes d'essai (Figure 4) et/ou un marquage de référence.

Si des trous sont utilisés pour le maintien des éprouvettes, ceux-ci doivent être percés avant la finition finale ou avant l'application de revêtements. Ils doivent être pris en compte lors du calcul de la surface.

Les dimensions des éprouvettes d'essai doivent être mesurées avant exposition sur un minimum de trois positions pour chaque dimension avec une précision de $\pm 0,02$ mm à l'aide d'instruments de mesure spécifiés dans l'ISO 3611 et l'ISO 13385-1.

Les éprouvettes d'essai doivent être séchées après dégraissage au moyen d'un nettoyage par ultrasons dans de l'isopropanol ou de l'éthanol.

S'il est suspecté que les éprouvettes peuvent adsorber des quantités significatives de contaminants atmosphériques tels que l'eau, il est recommandé que les éprouvettes d'essai nettoyées soient stockées dans un dessiccateur avant pesée et exposition.

La masse des éprouvettes d'essai doit être déterminée avant exposition. Au moins deux mesurages doivent être effectués sur chaque éprouvette d'essai. La différence entre les mesurages ne doit pas dépasser 0,05 mg.

Pour chaque durée, il est recommandé d'utiliser deux éprouvettes d'essai.

4.2.2 Alimentation en gaz

Le système d'alimentation en gaz doit être en mesure de fournir à la chambre recevant les éprouvettes d'essai les gaz d'essai à un débit constant.

Lorsqu'on a recours à un régulateur d'humidité, il doit être en mesure d'ajuster l'humidité à celle souhaitée. De l'eau déionisée d'une conductivité inférieure à $1 \mu\text{S cm}^{-1}$ doit être utilisée, sauf spécification contraire.

La température de la zone située entre le régulateur d'humidité et la chambre recevant les éprouvettes d'essai doit être maintenue au-dessus du point de rosée de manière à éviter la condensation.

Le débit gazeux doit être surveillé au moyen d'un débitmètre. Le débitmètre doit être situé le plus proche possible de l'entrée de la chambre recevant les éprouvettes d'essai excepté lorsqu'un régulateur d'humidité est utilisé, auquel cas il doit être situé en amont de l'humidificateur.

Pour les essais menés sous air, une humidité spécifique (fraction massique d'eau dans l'air) d'environ 20 g/kg est recommandée. Cela correspond à une humidité relative de 100 % à 25 °C (point de rosée) et peut être facilement obtenu en faisant buller l'air à travers un bain d'eau à 25 °C.

Si un autre taux d'humidité est employé, celui-ci doit faire l'objet d'un accord entre les parties concernées.

Dans le cas où le gaz est humidifié, la teneur en vapeur d'eau doit être mesurée. Cela peut être effectué au moyen, par exemple, d'un hygromètre placé avant la chambre recevant les éprouvettes d'essai ou en mesurant la quantité d'eau après condensation des gaz à la sortie ou en mesurant la consommation d'eau de l'humidificateur sur toute la durée de l'essai.

4.3 Appareillage d'essai

4.3.1 Conception de l'appareillage

L'appareillage doit intégrer le dispositif de régulation de température destiné à chauffer l'éprouvette d'essai de façon uniforme à une température constante. Dans l'idéal, il convient que le dispositif de chauffage soit doté d'une zone d'essai permettant de séparer l'éprouvette d'essai de l'air extérieur (cet ensemble est appelé système fermé) sauf si cela est non réalisable pour les essais prévus. Il est recommandé d'utiliser si possible un régulateur d'humidité pour fournir en continu le gaz conservé à une humidité constante qu'il convient de surveiller à l'aide d'un hygromètre. L'alimentation en gaz doit être contrôlée par un débitmètre.

Un exemple de conception de base d'un appareillage fermé horizontal est donné à la Figure 1. D'autres dispositifs peuvent avoir une orientation verticale.

Le dispositif de chauffage doit être conçu de sorte que la chambre recevant les éprouvettes d'essai soit isolée de l'environnement extérieur. On doit s'assurer que le débit continu de gaz circulant sur les éprouvettes se situe dans le domaine de valeurs prescrit.

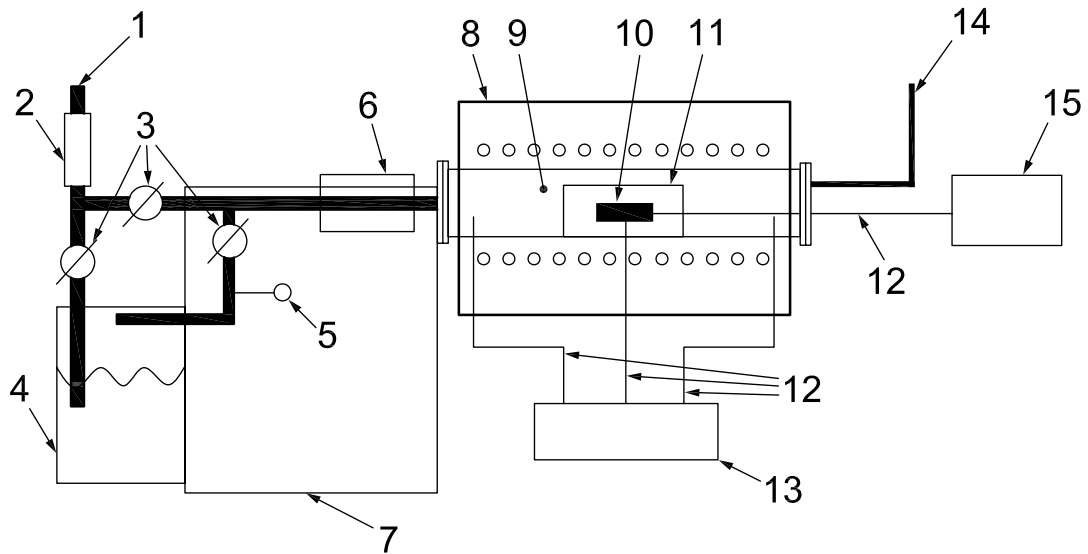
La chambre recevant les éprouvettes d'essai ne doit pas comporter de matériaux qui réagissent avec l'atmosphère d'essai au cours de l'essai à un degré tel que cela change la composition de l'atmosphère.

Si un système fermé avec une chambre recevant les éprouvettes d'essai ne peut être utilisé, alors les essais peuvent être effectués dans un système ouvert avec l'air du laboratoire. Dans ce cas, l'humidité de l'air doit être enregistrée et il convient, dans la mesure du possible, que les laboratoires d'essai ne soient pas soumis à des écarts de température et aux influences des conditions atmosphériques. Dans l'idéal, il convient toutefois d'utiliser des systèmes fermés.

Avant essai, le four doit être caractérisé à la température d'exposition afin de déterminer la longueur de la zone isotherme à l'intérieur du four. Une méthode commune consiste à utiliser un thermocouple indépendant mobile.

Le dispositif de régulation de température doit être en mesure de garantir que la température de l'éprouvette d'essai est maintenue dans la plage autorisée donnée dans le Tableau 2.

Les thermocouples du dispositif de chauffage destinés à contrôler la température doivent respecter les spécifications suivantes. Le matériau du thermocouple doit être totalement résistant à la température d'essai. De plus, il est recommandé que le diamètre du fil métallique soit le plus petit possible, tout en respectant la limite pour que le pouvoir thermoélectrique ne varie pas au cours de l'essai.



Légende

- 1 alimentation en gaz
- 2 débitmètre
- 3 vannes
- 4 régulateur d'humidité
- 5 hygromètre
- 6 dispositif de chauffage contenant un catalyseur destiné à des mélanges de gaz qui ne sont pas en équilibre
- 7 zone de chauffage avec cordon de chauffage
- 8 dispositif de chauffage
- 9 chambre recevant les éprouvettes d'essai
- 10 éprouvette d'essai
- 11 support d'éprouvette d'essai
- 12 thermocouples
- 13 dispositif de commande de puissance/de température
- 14 échappement des gaz
- 15 instrument de mesure

Figure 1 — Conception de base d'un appareillage fermé

4.3.2 Surveillance de la température

La température doit être mesurée à l'aide d'un dispositif approprié, indépendant du thermocouple utilisé pour le contrôle (voir thermocouple de dispositif de chauffage décrit en 4.3.1), conforme à l'ASTM E633-00. Il est préférable d'utiliser des thermocouples de type K (Ni/Cr – NiAl) jusqu'à 800 °C, de type S (10 %Rh/Pt – Pt) et de type R (Pt/13 %Rh – Pt) jusqu'à 1 100 °C ou de type B (Pt/30 %Rh – Pt/6 %Rh) pour des températures supérieures à 1 100 °C. Il convient de positionner le thermocouple le plus près possible de la surface de l'éprouvette d'essai et il doit être étalonné conformément à l'alinéa qui suit. Cependant, si l'environnement ne permet pas l'utilisation de tels thermocouples de cette manière, la température de l'éprouvette d'essai doit être déduite à partir de l'étalonnage du four en utilisant des éprouvettes d'essai témoins et une thermométrie appropriée dans un environnement inerte.

L'étalonnage des thermocouples doit être effectué conformément à l'ASTM E220-07a, à l'ASTM E230/E230M-11e1 ou à l'ASTM E1350-07. Un thermocouple représentatif du lot de fil métallique peut être étalonné.

Il est recommandé de ré-étalonner annuellement les thermocouples ou de les ré-étalonner au début et à la fin de chaque essai s'il existe un doute concernant la stabilité du thermocouple.

Le thermocouple doit être en mesure de confirmer la température de l'éprouvette d'essai avec la tolérance indiquée dans le Tableau 2. Il doit être placé à une position définie fixe la plus proche possible de l'éprouvette d'essai.

Des gaines protectrices doivent être utilisées pour protéger les fils métalliques des thermocouples. Ces gaines doivent être totalement résistantes à la température d'essai et à l'environnement.

Tableau 2 — Tolérance admise de la température des éprouvettes d'essai

Plage de température, °C	≤300	300 à 600	600 à 800	800 à 1 000	1 000 à 1 200	> 1 200
Tolérance de température, °C	±2	±3	±4	±5	±7	Selon accord

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Support des éprouvettes d'essai

Les éprouvettes d'essai doivent être disposées sur leur support conformément aux principes suivants.

Le matériau du support de l'éprouvette d'essai ne doit pas réagir à la température d'essai. Les contacts entre l'éprouvette d'essai et le support doivent être réduits au minimum.

Le support de l'éprouvette d'essai à utiliser doit être conçu de façon à recueillir la pellicule de calamine même si celle-ci s'écaille au cours de l'essai ou au cours du refroidissement après la fin de l'essai.

Lorsque plusieurs éprouvettes d'essai sont soumises à essai simultanément, chaque éprouvette d'essai doit être insérée dans un support d'éprouvette d'essai individuel de manière à permettre le recueil pour chaque éprouvette de toute la calamine, y compris celle écaillée.

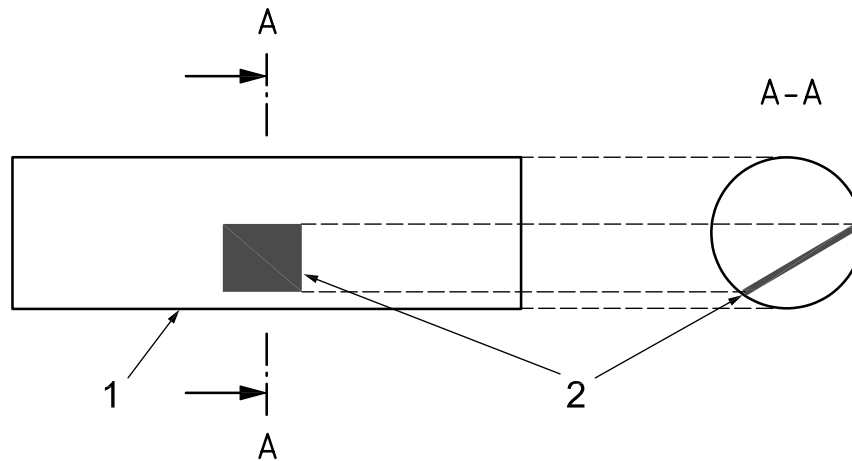
La conception du support doit garantir qu'aucune des principales faces des éprouvettes d'essai n'est protégée de l'atmosphère d'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32f82957-c8af-42e6-b983->

Des exemples de supports d'éprouvette d'essai appropriés et de positionnements classiques d'une éprouvette d'essai sont représentés aux Figures 2 à 4.

Dans le cas d'un éventuel appauvrissement de l'atmosphère d'essai en espèces actives, l'échange avec l'atmosphère d'essai peut être amélioré par le biais de trous ou de fentes ménagé(s) dans la zone inférieure des parois latérales du support d'éprouvette d'essai.

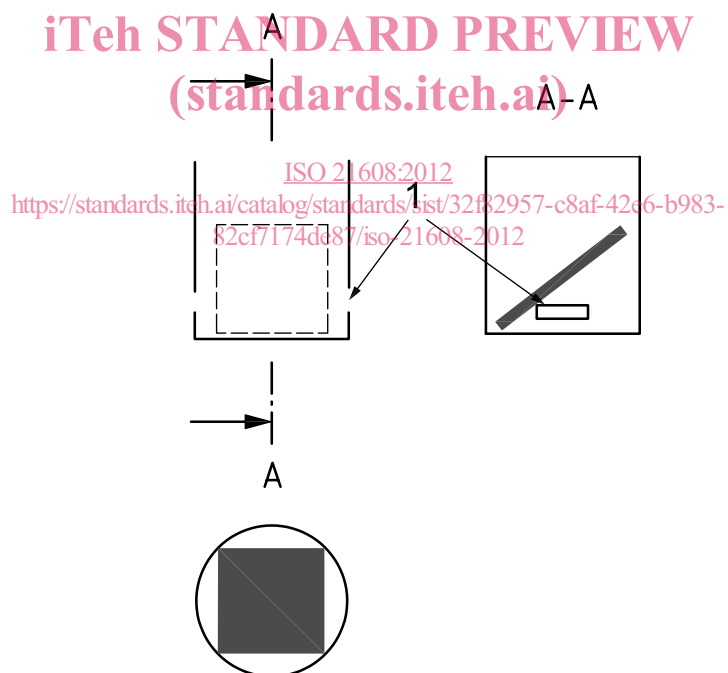
Lorsque seules les données de variation de masse nette sont exigées, plusieurs éprouvettes d'essai peuvent être insérées sur un seul support d'éprouvette d'essai.



Légende

- 1 tube en alumine de haute pureté destiné à supporter l'éprouvette d'essai
- 2 éprouvette d'essai

Figure 2 — Support d'éprouvette d'essai et positionnement classique d'une éprouvette d'essai — Conception de tube (ce type de support est inapproprié pour un chauffage et un refroidissement rapides)



Légende

- 1 trous

Figure 3 — Support d'éprouvette d'essai et positionnement classique d'une éprouvette d'essai — Creuset rond