
**Corrosion des métaux et alliages —
Méthode de mesure du potentiel
de piqûre des aciers inoxydables
par contrôle potentiodynamique en
solution de chlorure de sodium**

*Corrosion of metals and alloys — Method of measuring the pitting
potential for stainless steels by potentiodynamic control in sodium
chloride solution*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15158:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15158:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
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 Principe	1
3 Appareillage	1
3.1 Potentiostat.....	1
3.2 Appareil de mesure du potentiel d'électrode.....	1
3.3 Appareils de mesure du courant.....	1
3.4 Porte-éprouvette.....	2
3.5 Cellule d'essai.....	2
3.6 Électrode auxiliaire.....	2
3.7 Electrode de référence.....	3
4 Éprouvettes	3
5 Mode opératoire	3
5.1 Préparation des électrodes de référence.....	3
5.2 Préparation de l'éprouvette.....	3
5.3 Préparation de la solution.....	4
5.4 Réalisation de l'essai.....	4
5.5 Enregistrement.....	4
5.6 Fin de l'essai.....	5
6 Analyse statistique des données relatives au potentiel de piqûration	5
7 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Porte-éprouvette	7
Annexe B (informative) Exemple d'analyse statistique de données relatives au potentiel de piqûration	11
Bibliographie	13

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 procédures utilisées pour l'élaboration du présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir www.iso.org/patents).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information par souci de commodité aux utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour obtenir une explication concernant la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ainsi que des informations relatives à l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) en ce qui concerne les obstacles techniques au commerce (OTC), se rendre à l'adresse suivante: Avant-propos – Informations supplémentaires

Le comité responsable de ce document est l'ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Introduction

Bien que les aciers inoxydables soient généralement employés en tant que matériaux résistants à la corrosion, ils sont sensibles à la corrosion par piqûres, à la corrosion caverneuse et à la corrosion fissurante sous contrainte, *etc.* Parmi ces formes de corrosion, la corrosion par piqûres est l'un des phénomènes les plus communs que l'on rencontre sur les aciers inoxydables. Un paramètre communément employé pour évaluer la résistance des aciers inoxydables à la corrosion par piqûres est le potentiel de piqûration qui définit le potentiel le plus bas au-dessous duquel des piqûres stables ne sont pas censées croître. Etant donné que la corrosion par piqûres est en général aléatoire et qu'elle dépend d'une non-homogénéité affectant la taille, l'orientation, les éléments d'alliage, les impuretés, inclusions et ségrégations ou concernant le traitement de surface, les antécédents, le temps écoulé, les fluctuations de l'environnement *etc.*, la détermination du potentiel de piqûration requiert au moins deux mesures.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15158:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15158:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>

Corrosion des métaux et alliages — Méthode de mesure du potentiel de piqûre des aciers inoxydables par contrôle potentiodynamique en solution de chlorure de sodium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit le mode opératoire permettant de déterminer le potentiel de piqûration des aciers inoxydables (acier inoxydable austénitique, austéno-ferritique, ferritique, martensitique) sous contrôle potentiodynamique.

Par rapport aux autres méthodes d'essai potentiostatiques^{[1][2]}, le principal avantage de la présente méthode d'essai est la rapidité avec laquelle le potentiel de piqûration peut être mesuré en un seul balayage.

Le potentiel de piqûration, déterminé selon la présente Norme internationale, peut servir d'indice relatif de performances. Par exemple, il peut permettre de comparer les performances relatives de différents lots de produits et de grades en acier inoxydable. L'essai décrit dans la présente Norme internationale n'est pas destiné à permettre de déterminer le potentiel de piqûration pour lequel il peut ou non se produire une corrosion par piqûres, dans les conditions réelles de service.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Principe

L'essai consiste à augmenter le potentiel anodique de l'éprouvette à une vitesse de balayage spécifiée tout en exposant cette éprouvette à une solution normalisée de chlorure de sodium, à température constante.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>

Le potentiel de piqûration (V'_{c10} ou V'_{c100}) (voir la JIS G 0577^[3]) est défini comme étant le potentiel auquel la densité de courant dépasse $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ou $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ pendant plus de 60 s. Ce délai de 60 s permet d'assurer que l'augmentation de courant observée est due à une propagation stable des piqûres, puisque les pics de courant transitoires sont engendrés par une piqûration métastable.

Le porte-éprouvette et l'éprouvette proprement dite sont conçus de manière à ce qu'il ne se produise pas de corrosion caverneuse.

3 Appareillage

3.1 Potentiostat

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

3.2 Appareil de mesure du potentiel d'électrode

L'instrument doit avoir une impédance d'entrée suffisante pour éliminer une erreur de lecture du potentiel due au courant prélevé par l'instrument au cours du mesurage; une valeur d'impédance de l'ordre de $10^{11} \Omega$ à $10^{14} \Omega$ est typique. Il convient que la sensibilité et l'exactitude de l'instrument soient suffisantes pour détecter toute variation supérieure ou égale à 1,0 mV.

3.3 Appareils 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. Toutefois, ces mesurages peuvent également être externes et être réalisés en plaçant une résistance dans le circuit électrique entre l'électrode

auxiliaire et son raccordement au potentiostat. L'appareil doit pouvoir mesurer un courant avec une marge d'erreur ne dépassant pas 2 % de part et d'autre de la valeur réelle.

3.4 Porte-éprouvette

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

3.4.2 Le porte-éprouvette doit être conçu de manière à ce qu'aucune corrosion caverneuse n'apparaisse dans la zone de contact qui le sépare de l'éprouvette. Les [Articles A.1](#) et [A.2](#) décrivent des méthodes permettant d'empêcher une telle attaque par crevasse en utilisant une cellule avec circulation sous joint ou un porte-éprouvette soumis à un rinçage.

3.4.3 S'il n'est pas possible d'utiliser un porte-éprouvette évitant l'apparition d'une corrosion caverneuse, l'électrode constituée par l'éprouvette peut être traitée par la méthode spéciale décrite en [A.3](#).

3.5 Cellule d'essai

3.5.1 La cellule d'essai doit contenir l'éprouvette, une sonde capillaire du type Luggin connectée à une électrode de référence externe pour mesurer le potentiel d'électrode, une électrode auxiliaire, un orifice permettant d'insérer un appareil de mesure de la température, un tube de barbotage de gaz inerte (par exemple, N₂ ou Ar) pour la désaération, et/ou un dispositif permettant d'agiter la solution de façon répétable.

NOTE Pour ce faire, il est possible d'utiliser un agitateur mécanique ou simplement de faire barboter du gaz inerte dans la solution à une vitesse contrôlée.

L'instrument de mesure de la température doit avoir une précision de $\pm 0,4$ °C.

3.5.2 Une cellule à double paroi est couramment utilisée pour permettre de refroidir ou de chauffer la solution, par recirculation - dans l'enceinte externe de la cellule - d'un liquide provenant d'un bain chauffant ou réfrigérant externe.

3.5.3 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.

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

3.5.5 Le rapport entre le volume de solution dans la cellule d'essai et la surface de l'éprouvette doit être au moins de 100 ml/cm².

3.6 Électrode auxiliaire

L'électrode auxiliaire est généralement préparée à partir de platine de haute pureté. D'autres matériaux peuvent être utilisés à condition qu'ils soient inertes. L'électrode auxiliaire peut se présenter sous forme de feuille, de tige ou de fin treillis maintenu par une armature en verre. L'aire de l'électrode auxiliaire doit être au moins égale à celle de l'éprouvette.

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 se révéler nécessaire avant usage.

3.7 Electrode de référence

3.7.1 L'électrode de référence doit être maintenue à température ambiante à l'extérieur de la cellule d'essai, puis elle doit être connectée à cette dernière par l'intermédiaire d'une sonde capillaire du type Luggin.

3.7.2 L'électrode argent/chlorure d'argent saturée (sat.SSCE) est une électrode communément utilisée. Les potentiels de ces électrodes par rapport à l'électrode standard à hydrogène à 25 °C sont donnés dans l'ISO 17474[4].

Si l'on utilise une électrode au calomel saturé (ECS), un contrôle strict doit être exercé pour la manipulation du mercure et des substances contenant du mercure, en termes de santé et de protection de l'environnement. L'utilisation d'une électrode au calomel saturé doit respecter les règles et réglementations nationales.

4 Éprouvettes

4.1 L'éprouvette doit être prélevée sur un matériau d'essai de façon à ce que la surface d'essai soit au moins 1,0 cm². L'emploi d'autres surfaces est autorisé sous réserve qu'elles soient utilisées dans les conditions réelles d'application: par exemple, autres traitements thermiques et autres finitions de surface.

4.2 L'éprouvette peut être prélevée par sciage, découpage ou meulage, etc. La profondeur affectée par l'usinage doit être éliminée par polissage progressif de façon à ce que les traces d'usinage n'aient aucune incidence sur les résultats d'essai.

NOTE Sous réserve de l'accord des parties intéressées, des finitions de surface différentes de celles recommandées ci-dessus peuvent être mises en œuvre dans la mesure où elles sont reproductibles.

[ISO 15158:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

[6dc7c7440536/iso-15158-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

5 Mode opératoire

5.1 Préparation des électrodes de référence

5.1.1 La différence de potentiel entre l'électrode de référence et deux autres électrodes de validation doit être mesurée. Ces dernières électrodes doivent être repérées par rapport à l'électrode standard à hydrogène et doivent être conservées uniquement pour la validation. Si la différence de potentiel est supérieure à 3 mV, l'électrode doit être rejetée.

5.1.2 Les électrodes de validation doivent être conservées dans des conditions optimales et régulièrement comparées. Si la différence de potentiel entre ces électrodes varie de plus de 1 mV, elles doivent être remplacées.

5.2 Préparation de l'éprouvette

5.2.1 Le polissage final de l'éprouvette peut être réalisé à sec ou sur surface humide. Avant le mesurage, il est recommandé de polir l'éprouvette à l'aide d'un papier abrasif de grain 600, puis celle-ci doit être soigneusement nettoyée.

NOTE 1 Après le polissage, un laps de temps s'écoule avant que le film formé à l'air n'atteigne un état quasi-stable. Le changement le plus rapide au cours de la formation du film intervient pendant la première période, avec une stabilisation progressive pendant de plus longues durées.

NOTE 2 Un intervalle de temps minimal de 24 h est recommandé. Toutefois, il est admis d'adopter une plus courte durée, en fonction de l'objectif de l'essai. Cependant, il convient que le laps de temps retenu pour une même série d'essais soit cohérent.

NOTE 3 Sous réserve de l'accord des parties intéressées, des finitions de surface différentes de celles recommandées ci-dessus peuvent être mises en œuvre dans la mesure où elles sont reproductibles.

5.2.2 L'éprouvette doit être nettoyée avant immersion dans la solution d'essai en la dégraissant et en la rinçant dans de l'eau de haute pureté (ayant une conductivité inférieure à $1 \mu\text{S}/\text{cm}$), puis dans de l'éthanol ou un solvant analogue, et enfin en la séchant à l'air. Après dégraissage, des précautions doivent être prises afin de ne pas contaminer la surface d'essai de l'éprouvette.

5.3 Préparation de la solution

5.3.1 La solution doit être préparée en utilisant des produits chimiques de qualité "réactif" et de l'eau de haute pureté.

5.3.2 Il convient que la solution d'essai corresponde à l'application prévue; à défaut, il est possible d'utiliser une solution aqueuse de chlorure de sodium de 1 M ($\text{k}\cdot\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$).

NOTE La solution d'essai recommandée, à savoir une solution aqueuse de chlorure de sodium de 1 M, peut être préparée en dissolvant 58,44 g de chlorure de sodium de qualité «réactif» dans 1 000 ml d'eau distillée ou d'eau permutée.

5.4 Réalisation de l'essai

5.4.1 L'aire exposée de la surface de l'éprouvette doit être mesurée.

5.4.2 La température normale de la solution d'essai doit être de $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

Les essais peuvent être effectués à une température différente selon l'objectif, mais la même température doit être appliquée pour un ensemble donné d'essais.

5.4.3 Pour la polarisation anodique, immerger totalement l'aire de la surface d'essai dans la solution d'essai désaérée, la laisser ainsi au moins 1 min pour que la température et le potentiel de corrosion se stabilisent. Ensuite, effectuer un balayage de potentiel à une vitesse de 10 mV/min à partir du potentiel de corrosion jusqu'à ce que la densité de courant anodique dépasse $500 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ tout en restant inférieure à $1\,000 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. S'il est prévu d'effectuer une analyse statistique des données de potentiel, il est possible d'utiliser une vitesse de balayage de 20 mV/min. Si de telles vitesses ne peuvent pas être mises en œuvre en raison de l'appareillage ou pour toute autre raison, il est possible d'utiliser une vitesse de balayage qui soit voisine de celles-ci.

Indépendamment du type de montage d'essai (voir l'[Annexe A](#)), il faut procéder à la désaération de la solution avant l'immersion. Une durée de désaération de 1 h par litre de solution d'essai est généralement suffisante aux débits gazeux types de 0,1 L/min de N_2 ou Ar, par exemple.

5.4.4 Le potentiel de piqûration doit être exprimé par la valeur du potentiel pour lequel la piqûre devient stable, c'est-à-dire pour lequel la densité du courant augmente continûment avec le potentiel, comme représenté à la [Figure 1](#). Le potentiel de piqûration est défini comme le potentiel correspondant à la densité de courant anodique de $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ou $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ de la région de piqûre stable. Les potentiels de piqûration doivent être indiqués par $V'_{\text{C}10}$ ou $V'_{\text{C}100}$, respectivement. La [Figure 1](#) présente un exemple de mesure obtenue.

5.4.5 Pour chaque essai, utiliser une nouvelle éprouvette et une nouvelle solution d'essai.

5.5 Enregistrement

La valeur mesurée du potentiel de piqûration doit être enregistrée en volts (V), avec trois décimales. La vitesse de balayage et les conditions de polissage avant l'essai, l'électrode de référence, l'intervalle

de temps qui s'est écoulé entre le polissage et l'immersion, et la température d'essai doivent être notés doivent également être notées (see [Clause 7](#)).

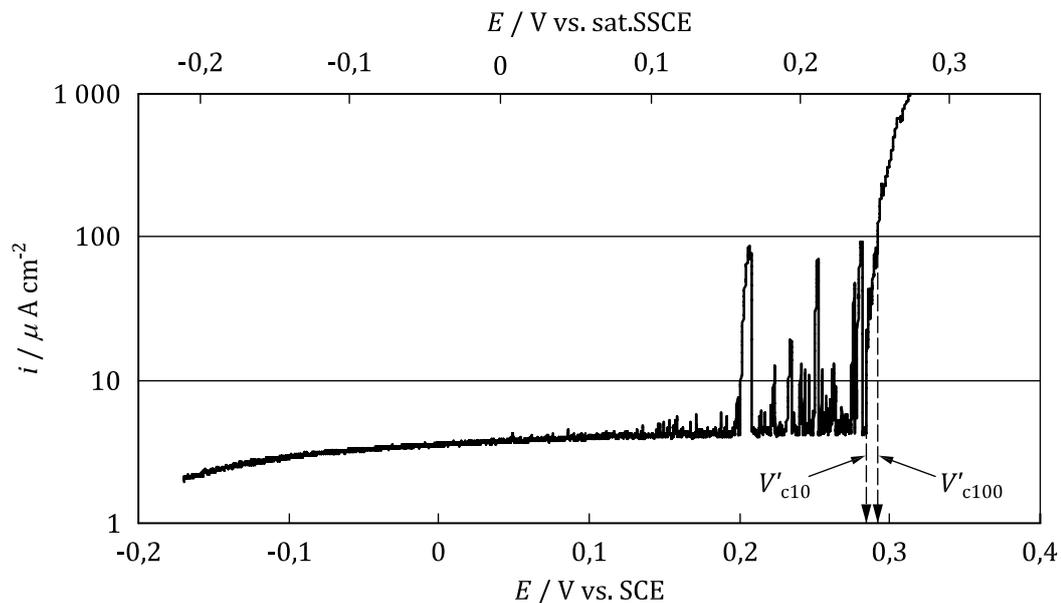


Figure 1 — Exemple de courbe de polarisation anodique de l'acier inoxydable 4301-304-00-I à 30 °C en fonction du potentiel E et de la densité du courant i , l'essai ayant été effectué, juste après polissage à sec et nettoyage, dans une solution de NaCl de 1 M désaérée, avec une vitesse de balayage de 10 mV/min

5.6 Fin de l'essai

ISO 15158:2014

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

[6dc7c7440536/iso-15158-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

5.6.1 L'essai doit prendre fin une fois que le potentiel de piqûration est déterminé.

5.6.2 L'éprouvette doit être retirée de la solution et rincée à l'eau, elle doit être nettoyée à l'éthanol, rincée avec de l'eau de haute pureté, de nouveau nettoyée à l'éthanol ou avec un solvant analogue, puis être séchée à l'air.

5.6.3 L'éprouvette mesurée doit être observée au microscope avec un grossissement de 20 fois ou plus afin de vérifier que le phénomène de corrosion par piqûres a bien eu lieu et de s'assurer qu'aucune corrosion caverneuse n'est apparue. Si l'on constate l'apparition d'une crevasse due à la corrosion, il ne faut pas inclure cet essai dans les résultats.

6 Analyse statistique des données relatives au potentiel de piqûration

6.1 La corrosion par piqûres des aciers inoxydables étant d'ordre statistique, il convient de tenir compte du nombre d'expériences pour une condition donnée parmi les éléments pertinents pour obtenir des valeurs moyennes et d'écart type fiables. Deux expériences au minimum sont nécessaires par condition pour effectuer une analyse statistique. Comme l'aire totale de l'éprouvette est l'un des facteurs qui permettent de déterminer la probabilité de trouver le site le plus faible, il convient que le nombre de répétitions reflète l'aire de l'éprouvette. Pour une aire de 1 cm² telle que recommandée dans la présente Norme internationale, au moins cinq répétitions sont recommandées.

6.2 La valeur moyenne des données relatives au potentiel de piqûration doit être calculée. Pour présenter les résultats concernant une condition, un exemple d'analyse statistique des potentiels de piqûration est donné en [Annexe B](#). Pour obtenir de plus amples détails en ce qui concerne les analyses statistiques, la Référence [5] donnée en Bibliographie peut être consultée.