
**Acier — Méthode d'attaque pour
examen macroscopique**

Steel — Etching method for macroscopic examination

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 4969:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-
bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4969:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, 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

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Echantillonnage	1
4 Préparation	2
5 Solutions	2
6 Mode opératoire	3
7 Conservation des éprouvettes	6
8 Rapport d'essai	6
Bibliographie	9

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4969:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, 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/IEC, 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://www.iso.org/standards).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 7, *Méthodes d'essai (autres que les essais mécaniques et l'analyse chimique)*.

La présente deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4969:1980) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Acier — Méthode d'attaque pour examen macroscopique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale établit des lignes directrices pour l'examen macroscopique des aciers par attaque à chaud, attaque à température ambiante et attaque électrolytique.

La méthode est d'application très large. Le choix du type, de la concentration et de la température du réactif, de l'appareillage pour attaque et des conditions de préparation de surface de l'éprouvette permet d'atteindre le but recherché.

NOTE Il pourrait être difficile de distinguer des petits vides et des fissures fines et de les distinguer et de déterminer leur nature par macro-attaque.

2 Principe

2.1 L'utilisation de l'essai et les conditions d'interprétation des résultats observés dépendent du cas particulier, des détails sont présentés dans des normes de produit ou doivent faire l'objet d'un accord particulier.

2.2 Une attaque macroscopique révèle la macrostructure d'une éprouvette métallique et toutes irrégularités physiques ou chimiques globales présentes.

2.3 Le réactif agit par dissolution des différentes parties de la surface du métal à des degrés inégaux et ainsi produit des différences de niveau ce qui rend l'observation possible.

2.4 L'examen macroscopique après attaque révèle un manque d'uniformité chimique (ségrégation des éléments), un manque d'uniformité physique (fissures, porosité) et toutes modifications intentionnelles ou accidentelles de la structure telles que celles causées, par exemple, par durcissement, décarburation ou cémentation.

2.5 En outre, une sensibilité accrue peut être obtenue en modifiant les conditions de préparation et d'attaque. Par exemple, il est possible de révéler la structure dendritique d'un métal ou la présence d'inclusions ou de très petits défauts.

2.6 L'observation de la surface attaquée est réalisée à l'œil nu et/ou avec une loupe, ou un stéréo-microscope.

3 Echantillonnage

3.1 La position et le nombre d'échantillons doivent être déterminés conformément aux exigences de la norme de produit, la spécification, le contrat ou la commande. En l'absence de toute exigence spéciale, l'échantillonnage doit être planifié conformément aux détails du processus de fabrication et de la nuance soumise à l'évaluation.

3.2 L'essai de macro-attaque, tel que l'application de la présente méthode au contrôle des produits en acier, est réalisé sur des tranches, communément de 13 mm à 25 mm d'épaisseur. Des disques ou des éprouvettes sont usuellement découpés pour révéler une surface transversale, mais les exigences de la spécification, du contrat ou de la commande peuvent inclure la préparation et l'examen d'une surface longitudinale. Dans la plupart des cas, un disque pour macro-attaque orienté longitudinalement est prélevé avec le plan à attaquer le long de l'axe central du produit corroyé et il inclut les deux surfaces extérieures avec une longueur dans la direction longitudinale, usuellement égale à 1,5 fois l'épaisseur ou le diamètre.

3.3 Les échantillons peuvent être découpés à froid à partir de la source par toute méthode appropriée; des scies et des disques abrasifs sont particulièrement efficaces. Il convient d'utiliser une découpe au chalumeau ou une découpe à chaud seulement lorsque cela est nécessaire pour découper un échantillon à partir d'une grande pièce. Il est souhaitable de placer les surfaces d'essai suffisamment loin de la surface découpée à chaud, évitant des défauts d'échantillonnage, tels que déformations, zone affectée thermiquement, fissures, etc.

3.4 De grandes sections transversales peuvent être découpées en plus petites pièces pour faciliter la manutention et remplir les exigences de sécurité. Il convient de réaliser la découpe de grandes éprouvettes de façon à ne pas altérer la partie centrale de la section.

4 Préparation

4.1 Le degré de préparation de surface nécessaire dépend de la précision requise pour l'examen macroscopique par attaque acide.

4.2 Tandis qu'un usinage grossier, produisant des surfaces relativement rugueuses, peut être suffisant dans certains cas (contrôle de routine afin de révéler des trous liés au retrait, par exemple), un usinage plus soigné est généralement requis.

4.3 Les critères à observer pour l'usinage sont les suivants:

- a) il convient que le marquage de l'outil de coupe ne soit pas prononcé, par exemple comme la conséquence d'un mauvais réglage, de passes trop profondes ou d'avances très grandes sur le tour ou l'étau limeur; de bons résultats sont généralement obtenus avec une avance d'environ 0,1 mm;
- b) il convient qu'il y ait le moins possible d'écrouissage de la surface, dû par exemple
 - 1) à un type d'outil qui ne convient pas pour le métal, ou qui est mal affûté, et
 - 2) à l'utilisation de meules inappropriées (grain inférieur à 100).

4.4 Les principaux types de d'usinage généralement utilisés sont les suivants:

- a) meulage, avec ou sans usinage préliminaire;
- b) usinage à l'étau limeur ou au tour, pour autant que le tour soit muni d'un réglage de vitesse.

4.5 Lorsqu'une attaque acide est utilisée pour révéler des défauts très fins ou des irrégularités de structure (différentes zones de soudage par exemple), un polissage soigné est recommandé; plus le polissage est fin, meilleure est la définition. En général, il est recommandé qu'un fini de surface après usinage avec un R_a inférieur à 30 μm soit obtenu.

4.6 Après la préparation de surface, l'échantillon est nettoyé avec soin avec des solvants appropriés. Toute trace de graisse, huile ou autre résidu produira une attaque irrégulière. Après nettoyage, il convient de prendre soin de ne pas toucher la surface de l'échantillon ou de la contaminer d'une quelconque façon.

5 Solutions

5.1 Les solutions utilisées pour macro-attaque sont indiquées dans les tableaux donnés pour chaque méthode. Dans la plupart des cas, il convient d'utiliser un réactif de bonne qualité mais il n'est pas nécessaire qu'il soit chimiquement pur ou de qualité analytique. La qualité commerciale est en général satisfaisante. Il convient que la solution soit propre et claire, exempte de particules en suspension, écume, etc.

5.2 Le mélange doit être réalisé avec soin. De nombreux réactifs d'attaque sont des acides forts. Dans tous les cas, il convient d'ajouter les différents produits chimiques lentement à l'eau ou au solvant tout en agitant la solution. Dans les cas où de l'acide fluorhydrique est utilisé, il convient de mélanger et d'utiliser la solution dans des récipients en polyéthylène.

AVERTISSEMENT — Il convient de ne pas permettre un contact entre la peau et de l'acide fluorhydrique car cela peut causer de sérieuses ulcérations douloureuses si elle n'est pas lavée immédiatement.

5.3 Les solutions les plus communément utilisées pour macro-attaque de la fonte et de l'acier sont les solutions n° 1 et 2 du [Tableau 1](#).

5.4 Renouveler le réactif dès que sa concentration est trop faible pour donner une attaque efficace.

6 Mode opératoire

6.1 Attaque à chaud et attaque à température ambiante

6.1.1 Immerger l'éprouvette dans le bain d'acide qui peut être chauffé. Pour de grandes éprouvettes, il pourrait être utile de les préchauffer à la température du bain.

6.1.2 De nombreuses solutions sont agressives et peuvent dégager des fumées irritantes et corrosives. Il convient que l'attaque soit réalisée dans une pièce bien ventilée, de préférence sous une hotte aspirant les fumées. Il convient de mélanger et de placer la solution dans un plateau ou un plat résistant à la corrosion et de la porter à la température d'essai.

6.1.3 Le volume du bain doit être adéquat, au moins de l'ordre de 1 l de réactif par décimètre carré d'aire de l'éprouvette. En outre, le bain doit être suffisamment profond pour que la hauteur de liquide au-dessus de la face supérieure de l'éprouvette soit au moins de 25 mm.

6.1.4 Il convient de placer l'éprouvette ou les éprouvettes sur un support non réactif. Des joncs en verre sont souvent placés au fond du récipient contenant l'acide et les éprouvettes sont placées directement sur les joncs.

6.1.5 Lorsque plusieurs éprouvettes sont attaquées dans le même bain, s'assurer qu'il n'y a pas contact entre elles, pour éviter une attaque irrégulière et trompeuse.

6.1.6 Dans le cas de grandes éprouvettes qui ne sont pas immergées, telles que des coupes de lingot, le tamponnage pourrait constituer la seule méthode pratique de macro attaque. Saturer en réactif d'attaque un gros morceau de coton maintenu avec des pinces en acier inoxydable ou en nickel et tamponner la surface de l'éprouvette. Il convient de s'efforcer d'humidifier la totalité de la surface aussitôt que possible. Après l'humidification initiale, maintenir le tampon à saturation avec la solution et tamponner fréquemment la surface de l'éprouvette pour renouveler la solution. Assurer une répartition uniforme et constante du réactif sur la surface. Lorsque la structure s'est développée de manière adéquate, rincer l'éprouvette, soit avec un tampon saturé en eau, ou mieux encore, en versant de l'eau sur l'éprouvette. Après rinçage avec de l'eau, sécher l'éprouvette avec de l'air comprimé.

6.1.7 Lorsque l'attaque est considérée satisfaisante, retirer l'éprouvette du bain en prenant grand soin de ne pas toucher la surface attaquée, la laver à l'eau courante, la brosser avec soin (avec une brosse non métallique) pour enlever tout résidu de l'attaque, et la sécher alors. Lorsqu'un nettoyage poussé est requis, plonger l'éprouvette dans une deuxième solution, telle que du carbonate de sodium (Na_2CO_3) de concentration comprise entre 3 % et 5 % ou solutions d'acide nitrique de concentration comprise entre 10 % et 15 %.

6.1.8 Le type de réactif d'attaque, le temps d'attaque et la température d'attaque sont choisis en fonction de la nuance d'acier, comme indiqué au [Tableau 1](#) et au [Tableau 2](#).

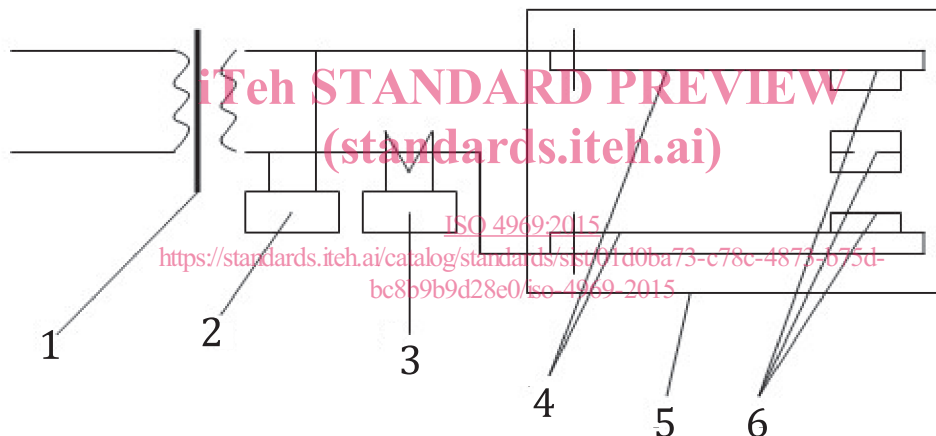
6.1.9 Pour chaque type de réactif d'attaque, le temps d'application varie avec la température d'essai, la nuance d'acier et même le type d'examen. Il est préférable que le traitement soit confié à un opérateur expérimenté qui supervisera le processus et le terminera lorsqu'il/elle considère l'attaque adéquate. Généralement, un excès d'attaque peut souvent conduire à une interprétation erronée. Les temps donnés dans les tableaux individuels sont seulement donnés à titre indicatif. Le temps effectif pour développer une structure de manière correcte peut être tout à fait différent de ceux suggérés.

6.1.10 Si une éprouvette a fait l'objet d'un excès d'attaque, toute zone attaquée de la surface doit être meulée à nouveau. Cela peut requérir d'enlever une épaisseur de 1 mm ou plus en fonction de l'importance de la profondeur d'attaque excessive et éventuellement de la planéité du disque.

6.2 Attaque électrolytique

6.2.1 Source de courant alternatif

6.2.1.1 L'attaque électrolytique avec un courant alternatif est illustrée schématiquement à la [Figure 1](#).



Légende

- 1 transformateur de courant alternatif
- 2 voltmètre
- 3 ampèremètre
- 4 électrode
- 5 récipient d'acide
- 6 éprouvette

Figure 1 — Schéma de l'attaque électrolytique avec un courant alternatif

6.2.1.2 L'attaque électrolytique avec une source de courant alternatif peut utiliser une solution de HCl dans de l'eau, de concentration comprise entre 15 % et 30 %, à la température ambiante.

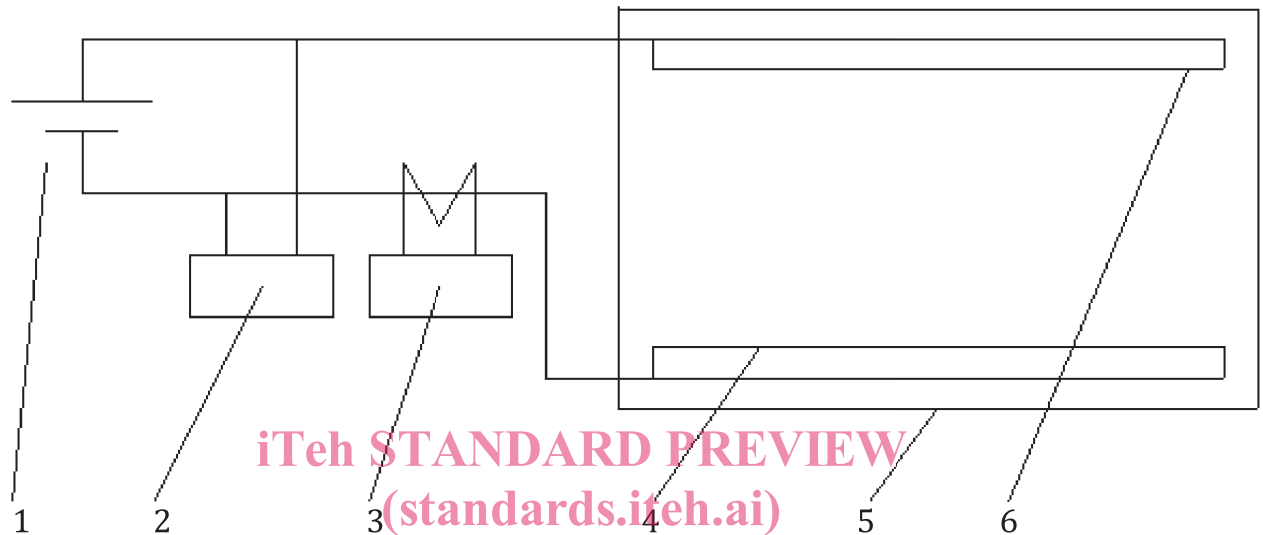
6.2.1.3 L'éprouvette est immergée dans la solution et la surface est orientée parallèlement à la longueur de l'électrode. La source de courant est en courant alternatif. Généralement, le courant de travail est d'intensité inférieure à 400 A et le voltage est inférieur à 36 V. Le temps d'attaque est autour de 5 min à 30 min.

6.2.1.4 Lorsque plusieurs éprouvettes sont attaquées dans le même bain, s'assurer qu'il n'y a pas de contact entre elles. L'établissement de couples galvaniques peut donner lieu à une attaque irrégulière et trompeuse.

6.2.1.5 Lorsque l'attaque est considérée satisfaisante, laver l'éprouvette à l'eau courante, la brosser avec soin (avec une brosse non métallique) pour enlever tout résidu de l'attaque et la sécher alors.

6.2.2 Source de courant continu

6.2.2.1 L'attaque électrolytique avec un courant continu est illustrée schématiquement à la [Figure 2](#).



- Légende**
- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01d0ba73-c78c-4873-b75d-bc8b9b9d28e0/iso-4969-2015>
- 1 transformateur de courant continu
- 2 voltmètre
- 3 ampèremètre
- 4 cathode
- 5 récipient d'acide
- 6 éprouvette (anode)

Figure 2 — Schéma de l'attaque électrolytique avec un courant continu

6.2.2.2 L'attaque électrolytique avec une source de courant continu peut utiliser une solution de 6 ml à 12 ml de HCl (concentré) dans 100 ml d'eau pour des éprouvettes d'aire inférieure à 130 cm², ou une solution de 6 ml de HCl (concentré) et de 1g HBO₃ dans 100 ml d'eau pour des éprouvettes d'aire supérieure à 130 cm², à température ambiante.

6.2.2.3 L'éprouvette est immergée dans la solution et agit comme une anode. Pour les éprouvettes d'aire inférieure à 130 cm², l'intensité de travail recommandée est de 8 mA à 16 mA par mm carré. Pour les éprouvettes d'aire supérieure à 130 cm², l'intensité de travail recommandée est de 48 mA à 64 mA par mm carré.

6.2.2.4 Après attaque, l'éprouvette est nettoyée au moyen d'une brosse à fibres végétales et d'une solution de citrate de sodium à 10 %. L'éprouvette est finalement séchée à l'air comprimé.