
**Corrosion des métaux et alliages —
Méthode d'essai pour essais de
corrosion à haute température
de matériaux métalliques par
enfouissement dans du sel, des
cendres ou d'autres solides**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Corrosion of metals and alloys — Test method for high
temperature corrosion testing of metallic materials by embedding
in salt, ash, or other solids*

ISO 17248:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17248:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

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 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Méthode d'essai	2
4.1 Principe.....	2
4.2 Réactifs et matériaux.....	2
4.2.1 Éprouvettes d'essai.....	2
4.2.2 Poudre corrosive.....	3
4.3 Appareillage d'essai.....	3
4.3.1 Conception de l'appareillage.....	3
4.3.2 Surveillance de la température.....	4
4.3.3 Alimentation en gaz.....	5
4.4 Mode opératoire.....	5
4.4.1 Préparation et mise en place de l'éprouvette d'essai.....	5
4.4.2 Environnement d'essai.....	6
4.4.3 Méthode de chauffage.....	6
4.4.4 Durée d'essai.....	7
4.4.5 Refroidissement des éprouvettes d'essai.....	7
4.4.6 Essais discontinus.....	7
4.5 Détermination de la variation de masse.....	7
4.5.1 Principe.....	7
4.5.2 Mesurages avant essai.....	7
4.5.3 Décalaminage avant la détermination de la masse.....	8
4.5.4 Mesurage de la perte de masse par corrosion.....	8
5 Examen de la surface et de la microstructure des éprouvettes d'essai corrodées	8
6 Rapport	9
6.1 Éléments à décrire.....	9
6.1.1 Matériau d'essai.....	9
6.1.2 Éprouvette d'essai.....	9
6.1.3 Environnements d'essai.....	9
6.1.4 Résultats d'essai.....	10
6.2 Notes supplémentaires.....	10
Annexe A (informative) Méthodes chimiques et électrolytiques destinées à éliminer les produits de corrosion des éprouvettes d'essai entièrement enfouies	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 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 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Introduction

Contrairement à la corrosion à haute température survenant dans les environnements gazeux, qui fait l'objet des ISO 21608 et ISO 13573, la présente Norme internationale s'intéresse à la corrosion à haute température de matériaux qui sont en contact direct avec des substances corrosives solides, phénomène communément appelé «corrosion sous dépôt».

La présente Norme internationale traite du cas dans lequel un matériau métallique est entièrement ou partiellement enfoui dans une poudre corrosive présente en abondance et qui reste complètement ou partiellement à l'état solide lors d'une exposition à des températures élevées. Les éprouvettes partiellement enfouies offrent l'avantage de permettre l'étude de la corrosion à trois positions différentes, à savoir sous la poudre, à l'interface poudre/phase gazeuse et dans la phase gazeuse au-dessus de la poudre corrosive.

Les conditions proches et étroitement liées à cette norme concernant l'immersion dans un sel fondu ou un autre liquide et l'application d'un dépôt de surface de sel, de cendres et/ou d'autres substances sont décrites respectivement dans l'ISO 17245 et l'ISO 17224.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17248:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17248:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>

Corrosion des métaux et alliages — Méthode d'essai pour essais de corrosion à haute température de matériaux métalliques par enfouissement dans du sel, des cendres ou d'autres solides

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode utilisée pour les essais de corrosion à haute température de matériaux métalliques par enfouissement dans une poudre corrosive composée de sel, de cendres et/ou d'autres solides, en les exposant à des températures élevées dans un environnement gazeux contrôlé afin d'évaluer leur résistance à la corrosion.

Il existe deux options: enfouissement total ou enfouissement partiel.

L'enfouissement total est utilisé dans les cas où un mesurage de la variation de masse est requis.

L'enfouissement partiel est utilisé pour étudier trois zones d'interaction potentiellement différentes sur une même éprouvette d'essai, à savoir la partie enfouie, la partie non enfouie et la zone d'interface gaz/poudre. Par conséquent, des mesurages gravimétriques ne conviennent pas et des investigations métallographiques sont nécessaires à la place.

La présente Norme internationale ne traite pas des méthodes dans lesquelles les éprouvettes d'essai sont immergées dans un liquide ou des cas dans lesquels un dépôt de surface est appliqué sur les éprouvettes d'essai. Ces méthodes sont traitées dans l'ISO 17245 et l'ISO 17224, respectivement.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, 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, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesure dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

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

ISO 8044, *Corrosion des métaux et alliages — Termes principaux et définitions*

ISO 8407:2009, *Corrosion des métaux et alliages — Élimination des produits de corrosion sur les éprouvettes d'essai de corrosion*

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*

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

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

ASTM E220, *Standard method for calibration of thermocouples by comparison techniques*

ASTM E230, *Standard temperature-electromotive forces tables for standardized thermocouples*

ASTM E407, *Standard Practice for microetching metals and alloys*

ASTM E1350, *Standard test method for testing sheathed thermocouples prior to, during and after installation*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8044 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 couche affectée
couche sous la surface de l'éprouvette d'essai qui est affectée par la corrosion au niveau de sa composition et/ou de sa structure

3.2 poudre corrosive
mélange de poudre composé de sels, de cendres et/ou d'autres solides contenant des composés susceptibles de réagir avec le métal à haute température

3.3 environnement gazeux contrôlé
flux de mélange gazeux, de composition et de débit définis, qui peut affecter le comportement de la poudre corrosive

3.4 décalaminage
élimination des produits de corrosion et des phases corrosives de la surface de l'éprouvette d'essai avant le mesurage de la masse de métal résiduel

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Méthode d'essai

ISO 17248:2015

4.1 Principe

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b226211-8921-43f3-bec0-252f68104672/iso-17248-2015>

Les mesurages de la variation de masse peuvent être effectués sur des éprouvettes d'essai entièrement enfouies. Dans ce cas, l'essai doit être réalisé sur au moins trois éprouvettes d'essai de chaque matériau afin d'assurer la reproductibilité des résultats d'essai. Deux éprouvettes d'essai doivent être utilisées pour la détermination de la variation de masse ou les variations dimensionnelles et la dernière doit être utilisée pour l'observation de la surface et/ou de la section transversale.

4.2 Réactifs et matériaux

4.2.1 Éprouvettes d'essai

Les éprouvettes d'essai pour l'enfouissement total 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.

Les éprouvettes d'essai pour l'enfouissement partiel doivent avoir la forme d'une plaque rectangulaire ayant une longueur minimale de 60 mm et une épaisseur minimale de 1,5 mm. La géométrie rectangulaire permet de réaliser des examens métallographiques précis des sections longitudinales et transversales, ce qui est impossible avec une éprouvette d'essai cylindrique.

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

Les éprouvettes d'essai doivent être usinées afin d'éliminer les zones affectées par la découpe.

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](#).

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

Norme	Désignation	Diamètre moyen µm	Région
FEPA ^a 43-1984 R 1993, Granularité des abrasifs appliqués ISO 6344, Abrasifs appliqués – Granulométrie	P1200	15,3 ± 1,0	Europe
JIS R6001-87	#1000	15,5 ± 1,0	Japon
ANSI B74.12-92, Specifications for the Size of Abrasive Grain – Grinding Wheels, Polishing and General Industrial Uses (Spécifications de la taille des grains abrasifs – Meules, polissage et usages industriels généraux)	600	16,0	États-Unis

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

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

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.

Les dimensions des éprouvettes d'essai doivent être mesurées avant exposition sur un minimum de trois positions pour chaque dimension avec une précision de ± 0,02 mm à l'aide des instruments de mesure spécifiés dans l'ISO 3611 et l'ISO 6906.

Après un dégraissage par ultrasons dans de l'isopropanol ou de l'éthanol, les éprouvettes d'essai doivent être séchées à l'air chaud ou dans un dessiccateur.

S'il est suspecté que les éprouvettes d'essai 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.

4.2.2 Poudre corrosive

Le type de poudre à utiliser lors de l'essai doit être choisi en fonction de l'environnement pour lequel l'essai est prévu. La poudre doit être préparée soit en prélevant la cendre ou le dépôt sur l'équipement réel, soit en mélangeant des produits chimiques de qualité analytique.

La granulométrie de la poudre ne doit pas dépasser 100 µm. En cas d'utilisation de produits chimiques de qualité analytique, la granulométrie (selon les spécifications du fabricant) doit être enregistrée.

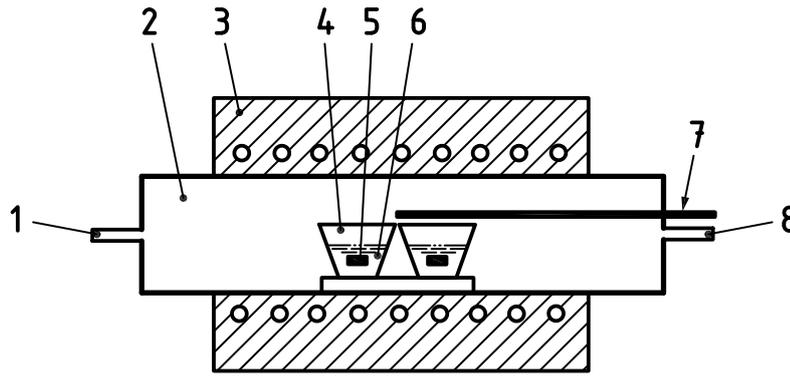
AVERTISSEMENT — En cas d'utilisation de substances dangereuses (par exemple certaines cendres, sels fondus, métaux lourds et matières organiques), toutes les précautions de sécurité nécessaires doivent être prises.

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 toutes les éprouvettes d'essai à une température uniforme. Le dispositif de chauffage doit être doté d'une zone d'essai permettant de séparer les éprouvettes d'essai de l'air extérieur. 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. La conception du four complet est illustrée à la [Figure 1](#) de l'ISO 21608:2012.



Légende

- 1 Entrée du gaz d'essai
- 2 Chambre d'essai
- 3 Unité de chauffage
- 4 Creuset
- 5 Éprouvette d'essai
- 6 Substance corrosive
- 7 Thermocouple
- 8 Sortie du gaz

Figure 1 — Appareillage utilisant un four horizontal

(standards.iteh.ai)

La chambre d'essai ne doit pas être composée de matériaux qui réagissent de manière significative avec l'environnement gazeux ou la substance corrosive pendant l'essai. Si la réaction est inévitable, elle doit être suffisamment réduite pour que le changement de la composition de l'atmosphère associé soit négligeable.

4.3.2 Surveillance de la température

Avant essai, la répartition de la température dans le four doit être caractérisée à la température d'exposition afin de déterminer la largeur de la zone isotherme au moyen d'un thermocouple 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](#).

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

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

Un thermocouple témoin doit être placé aussi près que possible de l'éprouvette d'essai. Si les conditions expérimentales ne permettent pas l'utilisation d'un tel thermocouple, il est nécessaire de déduire la température de l'éprouvette d'essai à partir de l'étalonnage du four en utilisant des éprouvettes d'essai témoins dans un environnement approprié.

L'étalonnage des thermocouples doit être effectué conformément à l'ASTM E220, à l'ASTM E230 et à l'ASTM E1350. Un thermocouple représentatif du lot de fil métallique peut être étalonné.

Les thermocouples doivent être ré-étalonnés annuellement ou au début et à la fin de chaque essai s'il existe un doute concernant la stabilité du thermocouple.

4.3.3 Alimentation en gaz

Le système d'alimentation en gaz doit être en mesure de fournir les gaz d'essai à un débit constant à la chambre recevant les éprouvettes d'essai décrite en [4.3.1](#).

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 électrique inférieure à $1 \mu\text{S cm}^{-1}$ doit être utilisée.

La température de la canalisation de gaz située entre le régulateur d'humidité et la chambre d'essai doit être maintenue au-dessus du point de rosée de manière à éviter la condensation. En effet, la condensation pourrait avoir un impact important sur le résultat.

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

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 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.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Préparation et mise en place de l'éprouvette d'essai

Les creusets doivent être inertes vis-à-vis de l'environnement. Chaque creuset doit contenir une seule éprouvette d'essai.

Les creusets doivent être recuits dans l'air afin d'éliminer tout composé volatil avant leur première utilisation. La condition de recuit d'au moins 24 h à une température de $1\ 000\text{ °C}$ est recommandée. Si une absorption d'eau est suspectée, les creusets utilisés doivent être séchés à une température significativement supérieure à 100 °C .

Pour les essais d'enfouissement total, une couche d'au moins 3 mm de poudre corrosive doit être versée dans le creuset et le dessus de la poudre doit être aplani en appliquant une pression uniforme (environ $0,04\text{ MPa} = 40\text{ g/cm}^2$).

NOTE Ceci peut être réalisé en appliquant une pièce métallique plane ayant un rapport masse/surface approprié sur toute la surface de la poudre, en une ou plusieurs applications.

Une fois l'éprouvette d'essai placée sur le lit de poudre, la poudre restante doit être versée sur l'éprouvette d'essai de manière à la recouvrir sur une épaisseur d'au moins 3 mm. Enfin, la couche supérieure doit être aplaniée selon le mode opératoire décrit ci-dessus. La distance entre le dessus de la poudre et le sommet du creuset ne doit pas dépasser 3 mm.

Les éprouvettes d'essai pour les essais d'enfouissement partiel doivent être placées en position verticale dans des creusets d'une hauteur correspondant au moins à la longueur des éprouvettes d'essai et d'un diamètre permettant de laisser au moins 5 mm de chaque côté des éprouvettes d'essai. La poudre corrosive doit être versée dans les creusets jusqu'à mi-hauteur des éprouvettes d'essai et sa couche supérieure doit être aplaniée selon le mode opératoire décrit ci-dessus.

La configuration des éprouvettes d'essai entièrement ou partiellement enfouies dans les creusets est illustrée à la [Figure 2](#).