
**Corrosion des métaux et alliages —
Détermination de la température
critique de corrosion caverneuse
(TCCC) des aciers inoxydables sous
contrôle potentiostatique**

*Corrosion of metals and alloys — Determination of the critical crevice
temperature (CCT) for stainless steels under potentiostatic control*
(standards.iteh.ai)

ISO 18089:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18089:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015>



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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Matériel	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Préparation des électrodes de référence.....	3
6.2 Préparation de l'éprouvette.....	3
6.3 Préparation de la solution.....	4
6.4 Réalisation de l'essai.....	4
6.5 Fin de l'essai.....	5
7 Évaluation des résultats	5
8 Rapport d'essai	6
Annex A (informative) Exemples de raccordements de l'électrode	7
Annex B (normative) Représentation schématique de différents éléments initiateurs de l'effet de crevasses utilisés pour mesurer la température critique de corrosion caverneuse	8
Annex C (normative) Étalonnage de la température de l'éprouvette par rapport à la température de la solution en cas d'utilisation d'un porte-éprouvette	11
Annex D (informative) Potentiel des électrodes de référence sélectionnées, à 25 °C, par rapport à l'électrode normale à hydrogène (ENH)	12
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 (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://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c16918cd-d974-4e67-acd5-37070329077d/iso-18089-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Introduction

Bien qu'il soit utilisé en tant que matériau globalement résistant à la corrosion, l'acier inoxydable est susceptible de corrosion par piqûres, de corrosion caverneuse, de fissuration par corrosion sous contrainte, etc. La méthodologie de base des essais de corrosion localisée a été normalisée en premier lieu dans l'ASTM G 150. Cette méthode décrit la susceptibilité à la corrosion par piqûres ; elle est également normalisée dans l'ISO 17864. La présente Norme internationale examine la susceptibilité à la corrosion caverneuse. Elle utilise pour cela des essais électrochimiques au cours desquels la température critique de corrosion caverneuse pour un matériau utilisant un élément initiateur de l'effet de crevasses spécifique est enregistrée. Le phénomène de corrosion caverneuse est normalement de nature aléatoire, de ce fait sa mesure nécessite au moins deux valeurs.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 18089:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18089:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015>

Corrosion des métaux et alliages — Détermination de la température critique de corrosion caverneuse (TCCC) des aciers inoxydables sous contrôle potentiostatique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit le mode opératoire permettant de déterminer la température critique de corrosion caverneuse (TCCC) des aciers inoxydables sous contrôle potentiostatique.

Le principal avantage de l'essai réside dans la rapidité avec laquelle il est possible de mesurer la température critique de corrosion caverneuse en un seul mode opératoire d'essai. La température critique de corrosion caverneuse, déterminée selon la présente Norme internationale, peut servir d'indice relatif de performance, par exemple pour comparer les performances relatives de différentes nuances d'acier inoxydable.

L'essai décrit dans la présente Norme internationale n'est pas destiné à déterminer la température à laquelle des crevasses apparaîtront en utilisation.

La présente méthode n'est pas destinée aux matériaux dont la température critique de piqûration (TCP), mesurée conformément à l'ISO 17864, dans la même solution d'essai et avec le même potentiel, présente des valeurs inférieures à 20 °C.

(standards.iteh.ai)

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

ISO 17864, *Corrosion des métaux et alliages — Détermination de la température critique de piqûration des aciers inoxydables sous contrôle potentiostatique*

ISO 18070, *Corrosion des métaux et alliages — Dispositif d'essai de corrosion par crevasse avec rondelles ressort pour échantillons plats ou tubulaires d'acier inoxydable en solution corrosive*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8044, l'ISO 17864 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 température critique de corrosion caverneuse TCCC

température la plus basse à la surface de l'éprouvette à laquelle se produit la corrosion caverneuse se propageant de manière stable, dans des conditions d'essai données

Note 1 à l'article: à l'article : La température critique de corrosion caverneuse est définie comme étant la température de l'éprouvette à laquelle la densité du courant dépasse une valeur donnée. Il est recommandé d'utiliser une valeur de $10 \mu\text{A cm}^{-2}$, portant sur l'aire exposée au mesurage, et ce pendant 60 s, afin de s'assurer que la densité de courant passif est dépassée. Ce délai de 60 s permet de garantir que l'augmentation de courant observée est bien due à des crevasses se propageant de manière stable et qu'il ne s'agit pas de pics de courant transitoires.[4]

3.2 vitesse d'augmentation de la température

vitesse à laquelle la température de la surface de l'éprouvette augmente au cours de l'essai

4 Principe

4.1 L'essai consiste à augmenter la température de la surface de l'éprouvette à une vitesse donnée, tout en exposant cette éprouvette dans une solution et en maintenant le potentiel de l'éprouvette à une valeur donnée. La température de la surface de l'éprouvette est augmentée en chauffant la solution.

4.2 La vitesse d'augmentation de la température, le milieu et le potentiel appliqué peuvent varier en fonction du matériau.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Matériel

ISO 18089:2015

5.1 Montage expérimental: récipient avec thermoplongeur ou bain thermostatique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1698cd-d974-4e67-ae33-37070329077d/iso-18089-2015>

5.1.1 L'éprouvette d'essai, une électrode de référence raccordée de manière appropriée pour permettre la mesure du potentiel d'électrode, voir 5.10, une électrode auxiliaire, un orifice pour l'insertion d'un appareil de mesure de la température et un dispositif pour agiter la solution de manière répétable.

NOTE Pour ce faire, il est possible d'utiliser un agitateur mécanique ou une pompe péristaltique, ou simplement d'insuffler des bulles de gaz inerte dans la solution, à une vitesse contrôlée.

5.1.2 Toutes les parties de la cellule d'essai ou du porte-éprouvette entrant en contact avec la solution doivent être fabriquées dans un matériau inerte. Le raccordement de l'électrode doit être conçu de sorte à éviter toute corrosion au point de raccordement.

NOTE 1 Des exemples de réalisation des raccordements sont donnés à l'Annexe A.

NOTE 2 Les polycarbonates, le verre, le polytétrafluoréthylène (PTFE), le polypropylène (PP) et le polyéthylène (HD-PE) conviennent, mais les plastiques à base de styrol ne sont pas admis.

5.1.3 Le rapport du volume de solution dans la cellule d'essai à l'aire de l'éprouvette doit être au moins de 100 ml/cm^2 .

5.2 Le potentiostat doit pouvoir contrôler le potentiel d'électrode à $\pm 1 \text{ mV}$ près d'une valeur de consigne.

5.3 Appareil de mesure du potentiel d'électrode ayant une impédance d'entrée élevée, de l'ordre de $10^{11} \Omega$ à $10^{14} \Omega$, afin de réduire au minimum le courant prélevé sur le système au cours du mesurage. La sensibilité et l'exactitude de l'appareil doivent être suffisantes pour détecter une variation de $1,0 \text{ mV}$.

5.4 Appareils de mesurage du courant, capables de mesurer un courant à 2 % de la valeur réelle. Dans le circuit, le courant est évalué à partir de la chute de potentiel mesurée sur une résistance connue.

NOTE Sur de nombreux potentiostats, ce mesurage est interne, mais les mesurages peuvent également être externes, en plaçant une résistance dans la ligne de courant entre l'électrode auxiliaire et son raccordement au potentiostat.

5.5 Régulateur de température, capable de porter la température de la surface de l'éprouvette de 2 °C à 100 °C à une vitesse contrôlée, ce qu'on obtient en chauffant ou en refroidissant la solution. Au-dessus de 10 °C, la vitesse moyenne de variation de température de l'éprouvette doit être contrôlée à ± 30 % de la valeur recherchée, la moyenne étant calculée sur une plage de températures de 10 °C.

NOTE À des températures supérieures à 85 °C, éviter l'évaporation à l'aide d'un matériel approprié.

5.6 Appareil de mesurage de la température, capable de mesurer la température de la solution d'essai avec une exactitude de ± 1 °C.

5.7 Éléments initiateurs de l'effet de crevasses ou porte-éprouvettes : différents types peuvent être utilisés dans la présente Norme internationale.

NOTE L'Annexe B décrit des exemples de différents éléments initiateurs de l'effet de crevasses et donne des détails importants les concernant. D'autres différents types d'effet de crevasse peuvent être utilisés sous réserve de l'accord des parties intéressées.

5.8 Solution d'essai, contenant généralement des chlorures

5.9 Electrode auxiliaire en platine de haute pureté ou autres matériaux inertes vis-à-vis de la solution d'essai. L'électrode auxiliaire peut se présenter sous forme de film mince, de feuille ou de tige, ou bien sous forme de gaze. Elle peut également être supportée sur un cadre en verre. L'aire de l'électrode auxiliaire doit être au moins égale à celle de l'éprouvette.

5.10 L'électrode de référence doit être maintenue à température ambiante à l'extérieur de la cellule d'essai et raccordée à cette dernière par l'intermédiaire d'une sonde capillaire de type Luggin.

NOTE Une électrode à l'argent/chlorure d'argent est préférable, mais il existe d'autres solutions. Les potentiels des électrodes Ag/AgCl à 25 °C par rapport à l'électrode normale à hydrogène à 25 °C sont donnés à l'Annexe D.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation des électrodes de référence

6.1.1 La différence de potentiel entre l'électrode de référence et deux électrodes de validation doit être mesurée. Ces électrodes doivent être traçables par rapport à l'électrode normale à hydrogène et être utilisées et conservées uniquement en vue de la validation. Si la différence de potentiel est supérieure à 3 mV, l'électrode d'essai doit être rejetée.

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

6.2 Préparation de l'éprouvette

6.2.1 L'éprouvette doit avoir une aire de 1 cm² au minimum, mais ses dimensions doivent être compatibles avec l'élément initiateur d'effet de crevasses ou le porte-éprouvette utilisé pour l'essai. Des exemples d'éprouvettes sont donnés à l'Annexe A.

6.2.2 La finition de surface doit être aussi reproductible que possible. N'importe quelle surface peut être soumise à l'essai, mais il est recommandé d'abraser toutes les surfaces exposées à la solution d'essai, y compris les bords coupés et les alésages, de manière à obtenir une finition de surface au moins équivalente à celle d'un papier abrasif de grain P 80. Des précautions doivent être prises pour éviter une surchauffe de la surface.

NOTE La préparation peut être suivie d'un nettoyage aux ultrasons.

6.2.3 Les éprouvettes doivent être laissées à l'air, à une température supérieure à la température de point de rosée, pendant au moins 24 h avant l'essai, pour qu'un oxyde stable puisse se former.

Le temps écoulé entre le polissage et l'immersion peut influencer sur le comportement ultérieur à la corrosion caverneuse. La durée choisie dépendra de l'objectif de l'essai, mais il convient de la normaliser pour une série d'essais particulière. Il se produit une légère variation de l'épaisseur du film superficiel après 24 h. Par conséquent, une journée est, en principe, la durée minimale requise.

6.2.4 L'éprouvette doit être nettoyée immédiatement avant immersion dans la solution en la dégraissant, en la rinçant dans de l'eau de haute pureté de conductivité inférieure à $1 \mu\text{S cm}^{-1}$ (selon l'ISO 3696, qualité 2), puis dans de l'éthanol ou un solvant analogue, et enfin en la séchant à l'air. Après dégraissage, il faut veiller à ne pas contaminer la surface d'essai de l'éprouvette.

6.3 Préparation de la solution

6.3.1 En principe, la solution d'essai est préparée en utilisant des produits chimiques de qualité réactif et de l'eau de haute pureté. Un autre type de solution peut être utilisé sous réserve de l'accord des parties intéressées.

6.3.2 Des lignes directrices concernant le choix de la solution pour les aciers inoxydables sont données dans l'ISO 17864.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c169f8cd-d974-4e67-aed3-37070329077d/iso-18089-2015>

6.4 Réalisation de l'essai

6.4.1 Toutes les parties doivent être assemblées, par exemple, conformément à l'Annexe B. L'aire exposée de la surface de l'éprouvette doit être mesurée et l'aire située sous l'élément initiateur de l'effet de crevasses doit être estimée.

6.4.2 Pour les matériaux dont la température critique de corrosion caverneuse est supposée inférieure à 40 °C, l'augmentation linéaire de température doit démarrer à une température de $(2 \pm 1) \text{ °C}$.

NOTE 1 La solution peut être refroidie en plaçant un béccher de solution dans un bain de glace.

NOTE 2 Des valeurs de température critique de corrosion caverneuse sont données dans les références [1],[2],[3] et [4].

6.4.3 Pour les matériaux dont la température critique de corrosion caverneuse est supérieure à 40 °C, l'augmentation linéaire de température doit démarrer à une température inférieure à 30 °C.

6.4.4 L'éprouvette, la contre-électrode et le pont salin doivent être placés dans le récipient d'essai, qui doit ensuite être rempli de solution. Il est important de s'assurer que le pont salin est rempli de solution d'essai et exempt de bulles d'air, notamment dans l'espace restreint à l'extrémité.

NOTE Une mèche, ou un dispositif équivalent, peut être placé(e) dans le pont salin afin d'assurer le contact électrique, même en cas de formation de petites bulles de gaz au cours de l'essai.

6.4.5 La solution doit être agitée en permanence tout au long de l'essai.

NOTE Pour ce faire, il est possible d'utiliser un agitateur mécanique ou une pompe péristaltique, ou simplement d'insuffler des bulles de gaz inerte dans la solution, à une vitesse contrôlée.

6.4.6 L'extrémité de l'électrode de référence 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.

6.4.7 Les électrodes doivent être raccordées au potentiostat et à l'enregistreur de données, et les raccordements en vue du mesurage et du contrôle de la température doivent être réalisés. Le potentiel ne doit pas être appliqué à l'éprouvette tant que la température de la solution n'est pas restée stable à ± 1 °C de la température d'essai initiale de consigne pendant au moins 10 min.

6.4.8 Le potentiel à circuit ouvert de l'éprouvette d'essai doit être enregistré, après quoi le potentiel anodique de consigne doit être appliqué à l'éprouvette.

NOTE 1 Un potentiel anodique de +944 mV vs ENH est une valeur courante utilisée pour les aciers inoxydables fortement alliés.

NOTE 2 Une valeur différente peut être fixée pour le potentiel, en fonction de l'objectif, mais le même potentiel doit être appliqué pour une même série d'essais particulière et les valeurs obtenues en appliquant des potentiels différents ne peuvent pas être comparées. Des lignes directrices pour choisir le potentiel et la température sont données dans l'ISO 17864.

6.4.9 Lorsque le potentiel a été appliqué pendant 60 s ou plus, la température de l'éprouvette doit être augmentée à une vitesse contrôlée.

NOTE 1 La vitesse d'augmentation de la température influe sur le résultat ; par conséquent, si différents matériaux doivent être comparés, les essais doivent être effectués dans des conditions identiques (élément initiateur de l'effet de crevasses, couple, préparation de la surface, augmentation de la température et potentiel appliqué).

NOTE 2 1 °C/min est une valeur courante d'augmentation de la température utilisée pour les aciers inoxydables fortement alliés.

6.4.10 Le courant et la température de la solution doivent être surveillés tout au long de l'essai. La vitesse minimale d'échantillonnage doit être de 10 relevés à la minute.

6.5 Fin de l'essai

6.5.1 Il doit être mis fin à l'essai lorsque la température critique de corrosion caverneuse a été déterminée et lorsque l'on s'est assuré que le courant est bien dû à des crevasses se propageant de manière stable et qu'il ne s'agit pas de pics de courant transitoires.

6.5.2 L'éprouvette doit être retirée de la solution et rincée à l'eau, nettoyée à l'éthanol, rincée à l'eau de haute pureté de conductivité inférieure à 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (ISO 3696, qualité 2), nettoyée à l'éthanol ou à l'aide d'un solvant analogue et séchée à l'air.

6.5.3 L'éprouvette doit être examinée au microscope optique, sous un grossissement de 20 \times , afin de déterminer s'il s'est produit une corrosion caverneuse. Si des attaques de corrosion sont observées ailleurs que sous l'élément initiateur de l'effet de crevasses, la valeur doit être exclue.

7 Évaluation des résultats

7.1 La température critique de corrosion caverneuse ne doit pas être comparée à des valeurs obtenues avec un mode opératoire différent, c'est-à-dire avec une finition de surface, un élément initiateur de l'effet de crevasses, un couple, une vitesse d'augmentation de la température ou une densité de courant critique différente.