

---

---

**Corrosion des métaux et alliages —  
Mesurage de la vitesse de propagation  
des petites fissures assistée par  
l'environnement**

*Corrosion of metals and alloys — Measurement of environmentally  
assisted small crack growth rate*

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

[ISO 21153:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018>



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

ISO 21153:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Type et préparation de l'éprouvette</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Génération du précurseur de fissure</b> .....	<b>3</b>
6.1    Piqûres de corrosion.....	3
6.2    Entaille mécanique.....	5
6.3    Usinage par FIB.....	6
6.4    Ablation laser.....	6
6.5    Usinage par électro-érosion.....	6
<b>7</b> <b>Suivi de la taille de fissure</b> .....	<b>6</b>
7.1    Optique.....	6
7.2    Techniques de résistance électrique.....	7
7.3    Étalonnage de la méthode de mesurage de fissure.....	9
<b>8</b> <b>Préfissuration</b> .....	<b>10</b>
<b>9</b> <b>Appareillage d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>10</b> <b>Facteurs environnementaux</b> .....	<b>10</b>
<b>11</b> <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	<b>11</b>
<b>12</b> <b>Analyse des données</b> .....	<b>12</b>
12.1   Estimation de la profondeur de fissure.....	12
12.1.1   Généralités.....	12
12.1.2   Fissure de rupture superficielle présentant une profondeur au moins égale à celle du précurseur.....	13
12.1.3   Fissure de rupture superficielle présentant une profondeur inférieure à celle du précurseur.....	13
12.1.4   Fissure se formant à la base du précurseur, mais ne produisant pas de rupture superficielle.....	14
12.2   Calcul de la vitesse de propagation des petites fissures.....	14
<b>13</b> <b>Force d'entraînement mécanique</b> .....	<b>15</b>
<b>14</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe A (informative) Technique de surveillance des fissures par mesure de la chute de potentiel</b> .....	<b>18</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>20</b>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Lorsque l'on souhaite estimer la durée de vie de structures et de composants pour lesquels la fissuration assistée par l'environnement représente un mécanisme de défaillance potentiel, il est essentiel d'établir une méthodologie fiable en vue de quantifier la vitesse de développement du dommage aux différents stades de son évolution. En ce qui concerne les fissures longues, il existe des normes reconnues pour le mesurage des vitesses de propagation des fissures assistée par l'environnement et l'on dispose de données approfondies pour des secteurs industriels majeurs; il y a, en outre, un certain degré de confiance quant à leur application technique, cette dernière étant couplée à des procédés élaborés de surveillance et d'inspection non destructive. En service, les fissures s'amorcent généralement à la surface (sur des piqûres de corrosion, des inclusions ou des défauts physiques), et du développement de ces petites fissures à leur stade initial pourrait dépendre une part significative de la durée de vie d'un composant.

NOTE Il existe des exceptions à l'amorçage de fissuration en surface, liées à l'amorçage de fissures de fatigue au niveau d'inclusions sous la surface ou dans des environnements générant de l'hydrogène où se produit une fissuration induite par l'hydrogène au niveau de vides internes.

Cependant, il n'existe pas de norme consacrée à la vitesse de propagation assistée par l'environnement des petites fissures qui permettrait d'encadrer le processus de mesurage; on reconnaît simplement que leur vitesse de propagation peut être différente de celle des fissures longues et que cette vitesse dépend des conditions électrochimiques locales, des gradients dans la microstructure proche de la surface, des propriétés mécaniques et des contraintes résiduelles, ainsi que des conditions de charge.

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

[ISO 21153:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018>

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

ISO 21153:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018>

# Corrosion des métaux et alliages — Mesurage de la vitesse de propagation des petites fissures assistée par l'environnement

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la vitesse de propagation de petites fissures superficielles en environnement aqueux (y compris en exposition atmosphérique) s'appuyant sur le mesurage de l'évolution de la taille de fissure en fonction de la durée d'exposition.

Cette méthode peut s'appliquer à la propagation des fissures de corrosion sous contrainte et de fatigue-corrosion.

Ce document décrit également les diverses méthodes visant à générer des précurseurs de fissure, y compris la génération accélérée de piqûres uniques.

Les secteurs concernés par le présent document sont, entre autres: la production électrique (y compris nucléaire), le pétrole et le gaz, l'aérospatiale et l'automobile.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 7539-1, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 1: Lignes directrices générales relatives aux méthodes d'essai*

ISO 7539-6, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 6: Préparation et utilisation des éprouvettes pré-fissurées pour essais sous charge constante ou sous déplacement constant*

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

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 7539-1, l'ISO 7539-6 et l'ISO 8044, ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

**3.1**  
**petite fissure**  
fissure initialement petite dans ses trois dimensions (notamment la longueur et la profondeur) par rapport aux échelles de microstructure, de mécanique des milieux continus ou de dimension physique appropriées

Note 1 à l'article: La fissure peut également être définie comme «petite» en s'appuyant sur les différences électrochimiques en pointe de fissure qui existent entre une petite fissure et une fissure longue, la transition entre ces deux états étant dépendante de l'environnement.

**3.2**  
**fissure courte**  
fissure épaisse dans une éprouvette de mécanique de rupture, initialement petite dans deux dimensions, mais longue dans une (à savoir l'épaisseur)

Note 1 à l'article: La fissure peut également être définie comme «courte» en s'appuyant sur les différences électrochimiques en pointe de fissure qui existent entre une fissure courte et une fissure longue, la transition entre ces deux états étant dépendante de l'environnement.

## 4 Principe

Afin de mesurer l'évolution de la taille d'une petite fissure en fonction du temps et en haute résolution, il est essentiel que les sondes de mesure et les instruments d'observation soient situés au plus près du site de génération de fissure. Pour cela, on applique un précurseur de fissure de manière contrôlée et à une profondeur définie, selon les conditions imposées par la méthode de génération du précurseur. Il existe différentes techniques d'application de précurseurs de fissure, dont la corrosion par piqûres contrôlée, l'entaille mécanique, l'usinage par faisceau d'ions focalisé (FIB), l'ablation laser et l'usinage par électro-érosion. Il peut être souhaitable de recourir à de très petites entailles en vue de circonscrire le site d'amorçage de fissuration à un emplacement particulier de la microstructure; dans ce cas, il peut s'avérer préférable d'employer des techniques telles que l'usinage par FIB ou l'ablation laser.

NOTE Il est à noter que chacune de ces techniques affecte la microstructure et les propriétés mécaniques locales environnant le précurseur.

Dans de nombreuses applications en service, la corrosion par piqûres est un précurseur à la fissuration ; pour ces applications, l'approche à privilégier est la piqûration accélérée de l'éprouvette, notamment lorsque l'on étudie la transition piqûre-fissure et que l'on souhaite caractériser l'impact du précurseur aux premières étapes du développement de fissure. La définition de la force d'entraînement mécanique de la fissure en présence d'un précurseur constitue un enjeu fondamental lorsque la fissure est physiquement petite ou petite par rapport à la microstructure.

## 5 Type et préparation de l'éprouvette

**5.1** La conception de l'éprouvette doit garantir que la fissuration ne se produise qu'au niveau du précurseur de fissure et que la force d'entraînement mécanique puisse être définie facilement. Une éprouvette de traction plate constitue un exemple de type d'éprouvette approprié, voir la [Figure 1](#). Toutefois, les dimensions de l'éprouvette ne sont pas imposées et peuvent être adaptées, par exemple pour lui appliquer un plus grand précurseur de fissure. L'éprouvette peut être amarrée au niveau de son épaulement de façon hydraulique ou positionnée au moyen de goupilles. L'une des principales exigences consiste à s'assurer que le rayon de la surface de raccordement est suffisamment grand pour que la concentration de contrainte n'entraîne pas de fissuration dans cette région. De même, en utilisant des goupilles de fixation, il convient que les dimensions de l'épaulement soient telles qu'elles réduisent la probabilité de fissuration au niveau des trous. Il est recommandé d'ébavurer les bords de l'éprouvette par un léger ponçage manuel avec du papier abrasif fin, afin de réduire au minimum le risque d'amorce de fissures sur les bords.



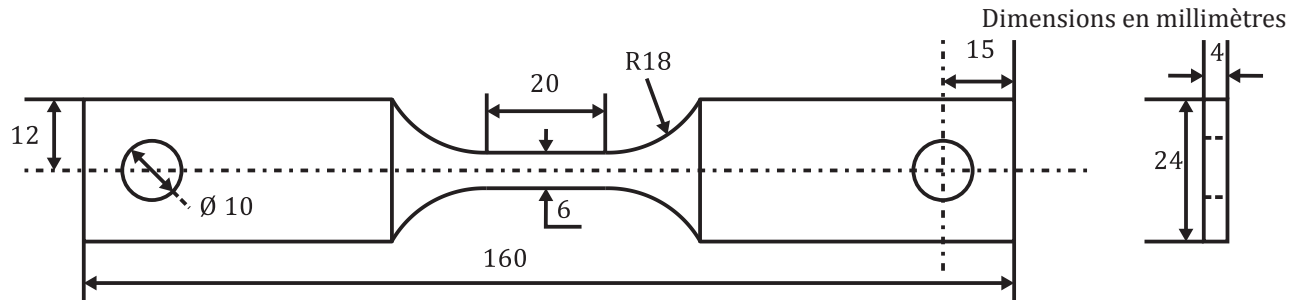


Figure 1 — Exemple d'éprouvette de traction plate

5.2 La vitesse de propagation des fissures issues de petits précurseurs sera particulièrement dépendante de la méthode de préparation de la surface. La méthode adoptée doit refléter l'application en service prévue, qui peut comprendre le traitement, l'usinage et le polissage, ou encore le grenailage, ou doit être conforme à une norme d'essai pertinente pour la fissuration assistée par l'environnement de surfaces planes. Cependant, plus la surface est rugueuse, plus il peut s'avérer difficile de détecter les premières étapes du développement des fissures par des méthodes optiques. Avant l'essai, il convient d'examiner une éprouvette de référence afin de définir les gradients de la microstructure proche de la surface (en utilisant, par exemple, la diffraction d'électrons rétrodiffusés), la dureté et la contrainte résiduelle.

NOTE Le meulage de certains métaux, tels que les aciers inoxydables austénitiques, peut entraîner la formation d'une couche nanocristalline (dont l'épaisseur dépend de la granulométrie et du liquide de refroidissement, le cas échéant) et un important durcissement proche de la surface.

5.3 L'éprouvette doit être dégraissée à l'aide d'un solvant approprié suite à la préparation de surface.

ISO 21153:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7cdbdf-617d-4988-a163-10c22100-21153-2018>

## 6 Génération du précurseur de fissure

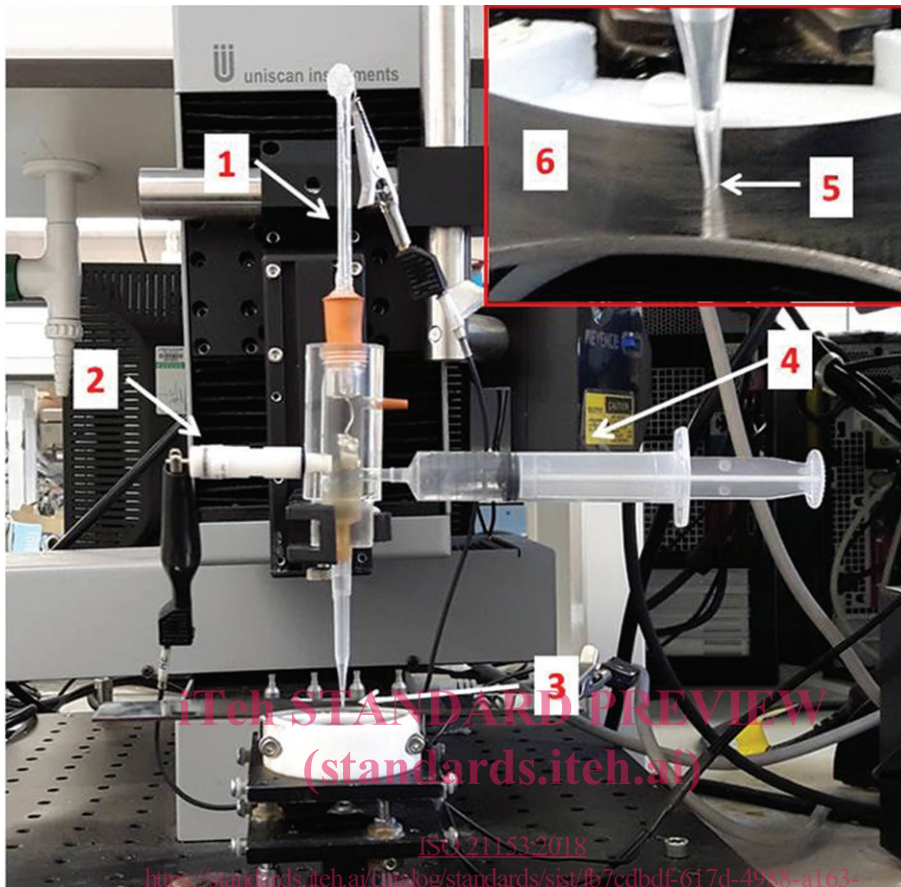
### 6.1 Piqûres de corrosion

6.1.1 Il convient que la méthode de génération accélérée de piqûre soit choisie de sorte qu'une taille de piqûre raisonnablement reproductible puisse être générée avec une géométrie de piqûre aussi conforme que possible à celle observée dans des conditions de corrosion naturelle pour l'application prévue. Les méthodes adoptées peuvent comprendre le revêtement partiel de l'éprouvette et des variantes de la technique par gouttelettes. La technique adoptée dépendra du système métal-environnement.

6.1.2 Pour la méthode par revêtement, une zone circulaire bien définie de l'éprouvette est laissée non revêtue afin de limiter le diamètre de la piqûre. Habituellement, l'éprouvette est ensuite immergée dans un environnement agressif adapté au métal pendant une période suffisante pour générer une piqûre de la profondeur voulue. Il est également possible d'appliquer un courant anodique à l'éprouvette (généralement sous contrôle galvanostatique, car cela permet de calculer le volume de métal dissous d'après la loi de Faraday). Si la microtopographie de la piqûre naturelle est importante pour l'emplacement de nucléation de fissure, il convient de sélectionner avec soin la durée d'exposition, la solution et l'application de courant anodique pour permettre le développement d'une morphologie raisonnablement représentative. Dans ce contexte, la technique peut être limitée par le risque d'une attaque sous-jacente au revêtement, et la géométrie de la piqûre peut dans ce cas ne pas être représentative d'une piqûre naturelle.

6.1.3 Une approche similaire consiste à exposer une éprouvette non revêtue à une solution agressive au moyen d'une gouttelette alimentée par un capillaire de petit diamètre et à laisser l'éprouvette se corroder. Une telle approche s'est révélée efficace pour le développement de piqûres sur de l'acier au

carbone; elle est illustrée à la [Figure 2](#). Cette méthode peut être couplée à la polarisation anodique de l'éprouvette.



**Légende**

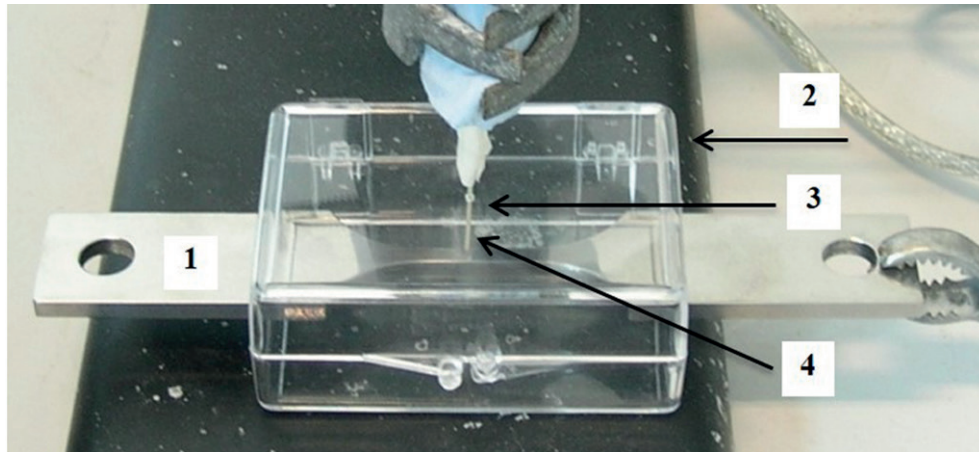
- |   |                         |   |                               |
|---|-------------------------|---|-------------------------------|
| 1 | électrode auxiliaire    | 4 | réservoir de solution d'essai |
| 2 | électrode de référence  | 5 | extrémité du capillaire       |
| 3 | extrémité du capillaire | 6 | échantillon pour essai        |

NOTE Cartouche: interface métal-électrolyte du capillaire.

**Figure 2 — Cellule microcapillaire pour le développement d'un précurseur de piqûre; exemple de cellule utilisée par Akid et al.[1]**

**6.1.4** Pour les alliages résistants à la corrosion, une technique par gouttelettes similaire a fait ses preuves en ce qui concerne le contrôle de la taille et de la géométrie de la piqûre; elle consiste à appliquer un courant anodique constant au métal exposé à la gouttelette. Le montage correspondant à cette technique est illustré à la [Figure 3](#). Lorsqu'un courant anodique supérieur au courant passif est appliqué à l'électrode, le potentiel de l'électrode évolue dans le sens positif jusqu'à ce qu'il atteigne le potentiel de piqûration. Une piqûre s'amorce au potentiel de piqûration et, par conséquent, le potentiel chute rapidement en dessous du potentiel de piqûration, empêchant ainsi la formation de piqûres supplémentaires. Une attention particulière est exigée lors de la sélection du courant de polarisation: si le courant appliqué est trop faible, l'amorçage de la piqûre peut ne pas se produire ou la piqûre amorcée peut être stoppée à mesure que sa surface augmente; si le courant appliqué est trop élevé, plusieurs piqûres peuvent se former et engendrer une corrosion éparse. Une fois le courant de polarisation réglé, la profondeur de piqûre souhaitée est atteinte en modulant la durée de polarisation. L'avantage de la méthode par application de courant constant est qu'elle tend à produire des géométries de piqûres macroscopiquement similaires à celles apparaissant en service. La piqûration est généralement provoquée par le même anion agressif que celui qui existe en service. La profondeur de piqûre peut

généralement être contrôlée jusqu'à une répétabilité d'environ 10 % par la combinaison des paramètres du courant appliqué, de la conductivité de la solution et de la durée d'exposition. Cependant, les conditions d'exposition doivent être étudiées et adaptées pour chaque système métal-environnement afin d'optimiser la méthode et de s'assurer que la piqûre générée artificiellement présente les mêmes caractéristiques essentielles que des piqûres en situation réelle.



#### Légende

- 1 éprouvette
- 2 cellule pour réduire au minimum l'évaporation des gouttelettes
- 3 contre-électrode (fil de Pt de 0,1 mm de diamètre)
- 4 gouttelette (0,5 mm de diamètre)

**Figure 3 — Méthode par gouttelettes pour la génération de précurseurs de piqûres de corrosion par application d'un courant anodique constant**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb7c9bdf-617d-4988-a163-7d00920b771d/iso-21153-2018>

**EXEMPLE** Exemple de gouttelette galvanostatique en lien avec la [Figure 3](#): pour un acier inoxydable martensitique 12Cr, le volume de la gouttelette était de 2 ml et le diamètre de la surface de la gouttelette était inférieur à 2 mm. Le courant appliqué était de 20  $\mu\text{A}$  et la concentration en chlorure de sodium était de 0,1 M. Dans ces conditions, l'application de la polarisation pendant 300 s et pendant 7 200 s a généré des piqûres atteignant respectivement des profondeurs de 50  $\mu\text{m}$  et 150  $\mu\text{m}$ , chacune présentant une variation de profondeur inférieure à 10 % de la valeur cible. Les piqûres obtenues par cette méthode présentent la géométrie sphéroïdale tronquée typique des piqûres de l'acier inoxydable, avec un diamètre de surface approximativement égal à la profondeur de la piqûre.

**6.1.5** Les piqûres obtenues par les différentes méthodes peuvent s'avérer non-propageantes lors d'essais ultérieurs de propagation de fissures assistée par l'environnement, mais cela dépend de la combinaison de métaux et d'alliages. Si la propagation de piqûre se produit pendant l'essai, l'augmentation de la section transversale de la piqûre pourrait nuire à la fiabilité des méthodes de surveillance des fissures fondées sur la résistance électrique. Ce phénomène se limitera surtout aux profondeurs de fissure plus faibles que la profondeur de piqûre. Lorsque la profondeur de fissure est supérieure à la profondeur de piqûre, l'effet devrait être moindre puisque la section transversale est alors déterminée uniquement par la fissure, à condition que la vitesse de propagation de fissure continue d'être supérieure à la vitesse de propagation de piqûre.

## 6.2 Entaille mécanique

La méthode la plus courante d'entaille mécanique pour le mesurage de la vitesse de propagation des petites fissures consiste à forer un petit trou d'une profondeur spécifiée. Il est important de noter que cette méthode provoque, par nature, des dommages mécaniques dans le matériau qui affecteront les toutes premières étapes du développement des fissures. L'ébavurage du trou après le perçage ou l'alésage est essentiel, car la bavure peut présenter de minuscules fissures. Il convient de prendre grand soin de préserver le profil du bord du trou non arrondi et de réaliser une finition uniforme à l'intérieur