

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
10270

ISO/TC 156

Secrétariat: SAC

Début de vote:
2021-09-30

Vote clos le:
2021-11-25

Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion aqueuse des alliages de zirconium utilisés dans les réacteurs nucléaires

*Corrosion of metals and alloys — Aqueous corrosion testing of
zirconium alloys for use in nuclear power reactors*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 10270](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de9fd9c7-e6a9-4ced-a80b-c2c91ce0b88f/iso-fdis-10270)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de9fd9c7-e6a9-4ced-a80b-c2c91ce0b88f/iso-fdis-10270>

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 10270:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 10270

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de9fd9c7-e6a9-4ced-a80b-c2c91ce0b88f/iso-fdis-10270>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Portée	2
6 Interférences	2
7 Réactifs et matériaux	2
8 Appareillage	3
9 Phénomènes dangereux	3
10 Échantillonnage, échantillons et unités d'essai	4
11 Préparation de l'appareillage	4
12 Étalonnage et normalisation	4
12.1 Préparation des coupons à gain élevé en masse	4
12.2 Autoclaves	5
12.3 Utilisation de coupons de contrôle	7
12.4 Étalonnage	7
13 Conditionnement	7
13.1 Qualité de l'eau d'essai	7
13.2 Limitations de charge autoclavée	8
13.3 Conditions d'essai	8
13.3.1 Température	8
13.3.2 Pression	8
13.3.3 Temps	8
13.3.4 Essais	8
13.4 Préparation des échantillons	8
13.4.1 Échantillons décapés	8
13.4.2 Échantillons bruts de fabrication	8
14 Mode opératoire	9
14.1 Inspection des échantillons	9
14.2 Dimensions, masse et contrôle	9
14.3 Autoclavage	9
14.3.1 Mise en place des échantillons	9
14.3.2 Méthode de purge A	9
14.3.3 Méthode de purge B	10
14.3.4 Méthode du circuit fermé C	10
14.3.5 Autoclavage de régénération, méthode D	11
14.4 Mesurages après essai et contrôle	11
15 Calcul ou interprétation des résultats	11
15.1 Calcul du gain en masse	11
15.2 Interprétation visuelle de l'aspect superficiel	12
15.3 Essais non valables	12
16 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Guide de préparation des échantillons	13
Bibliographie	16

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. En particulier, 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 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).

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 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.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 262, *Revêtements métalliques et inorganiques, incluant ceux pour la protection contre la corrosion et les essais de corrosion des métaux et alliages*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10270:1995) qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle inclut également le Rectificatif technique ISO 10270:1995/Cor 1:1997. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les références ont été mises à jour ;
- à l'[Article 4](#), deux phrases ont été ajoutées : «La pression des essais en eau est de 18,6 MPa. La pression est également déterminée en fonction des exigences du sous-traitant.» ;
- au [5.2](#), «l'essai» a été remplacé par «de réaliser la mesure afin d'éviter les erreurs de résultat dus aux différents comportements à la corrosion des matériaux.» ;
- au [7.1](#), «qualité pour soudage» a été remplacé par «pureté supérieure ou égale à 999,9 ml/l.» ;
- au [11.1](#), d), «1 jour» a été remplacé par «24 h» ; et «à 18,6 MPa» a été ajouté après «à 360 °C dans de l'eau» ;
- au [12.1](#), une phrase a été ajoutée : «Après le traitement thermique, les coupons sont examinés afin de rechercher des traces d'oxyde puis préparés (décapés, par exemple) selon les coupons types» ;
- au [12.3.4](#), une phrase a été ajoutée : «Toutefois, pour l'essai de réception des produits, il est préférable de conserver les coupons de contrôle comme preuve de l'efficacité de l'essai.» ;

- au [13.3.1](#), « ± 3 °C pour les essais en vapeur et ± 6 °C pour les essais en eau.» a été remplacé par « ± 3 °C pour les essais en vapeur et en eau» ;
- au [13.3.3](#), «3 jours ou 14 jours» a été remplacé par «72 h ou 336 h» ;
- au [14.2](#), une phrase a été ajoutée : «Le gain en masse est mesuré trois fois sur chaque échantillon et une valeur moyenne est calculée» ;
- au [14.3.1](#), une phrase a été ajoutée : «Les séparateurs ne doivent pas induire d'interaction galvanique entre eux et les échantillons.» ; «en zirconium ou alliage de zirconium» a été ajouté avant «acier inoxydable» ;
- au [16](#), «avec la référence et l'année de publication» a été ajouté après «le présent document» ;
- au [A.3.1](#) «3 % (m/m) d'acide fluorhydrique ([7.7](#)), 39 % (m/m) d'acide nitrique ([7.8](#))» a été remplacé par «40 (g/kg) \pm 20 (g/kg) d'acide fluorhydrique ([7.7](#)), 450 (g/kg) \pm 50 (g/kg) d'acide nitrique ([7.8](#))», et une phrase a été ajoutée : «Il est possible de choisir un pourcentage d'acide différent s'il permet d'obtenir une surface lisse et brillante comme décrit en [13.4.1](#)» ;
- au [A.3.2](#), «9 % (m/m) \pm 1 % (m/m)» a été remplacé par «90 (g/kg) \pm 10 (g/kg)» et «30 % (m/m) \pm 5 % (m/m)» a été remplacé par «300 (g/kg) \pm 50 (g/kg)» ;
- au [A.4.2](#), 25 % (V/V) a été remplacé par «250 (ml/l)» et «50 % (V/V)» a été remplacé par «500 (ml/l)» ;
- au [A.6](#), le texte suivant a été ajouté : «Ils peuvent également être placés dans l'étuve à une température recommandée de 60 °C à 70 °C pendant 1 h.» et «Après la sortie de l'étuve, les échantillons doivent être refroidis à température ambiante.».

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.

ISO/FDIS 10270
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de9fd9c7-e6a9-4ced-a80b-c2c91ce0b88f/iso-fdis-10270>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 10270

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de9fd9c7-e6a9-4ced-a80b-c2c91ce0b88f/iso-fdis-10270>

Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion aqueuse des alliages de zirconium utilisés dans les réacteurs nucléaires

AVERTISSEMENT — Le présent document peut concerner des matériaux, des opérations et des matériels dangereux (voir [Article 9](#)). Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent document de se renseigner et de définir les règles appropriées de sécurité et d'hygiène, ainsi que les limites réglementaires d'utilisation avant de le mettre en œuvre.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit :

- a) la détermination du gain en masse ;
- b) le contrôle superficiel des produits en zirconium et en alliages de zirconium après essai de corrosion dans l'eau à 360 °C et dans la vapeur à 400 °C ou plus ;
- c) les performances des essais dans la vapeur à 10,3 MPa.

Le présent document est applicable aux produits corroyés, moulés, aux produits de la métallurgie des poudres et aux métaux d'apport pour le soudage.

La méthode a été beaucoup utilisée pour mettre au point de nouveaux alliages et de nouvelles techniques de traitement thermique et à évaluer les techniques de soudage. Elle peut être utilisée dans sa totalité comme moyen de réception des produits plutôt que comme moyen d'évaluation de leurs propriétés en service.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

décapage

processus d'élimination d'un métal superficiel par utilisation d'acides dilués dans l'eau

3.2

coupon de contrôle

échantillon d'alliage de zirconium de caractéristiques connues utilisés pour vérifier la validité d'un essai

3.3

coupon à gain élevé en masse

échantillon d'alliage de zirconium ayant subi un traitement thermique spécial de façon à acquérir une masse supérieure à la masse maximale considérée comme acceptable, pour vérifier la sévérité d'un essai

4 Principe

Des échantillons de zirconium ou d'alliages de zirconium sont exposés à de l'eau ou à de la vapeur sous pression à une température élevée pendant 72 h ou 336 h. La corrosion se mesure normalement en termes de gain en masse des échantillons et d'apparition d'une pellicule d'oxyde en surface de l'échantillon. Dans certains cas, tels que l'évaluation des soudures, les déterminations de gain en masse sont soit impossibles, soit inutiles. Dans ce cas, l'aspect de l'échantillon est le seul critère d'acceptation. La pression de l'essai en vapeur est de 10,3 MPa. La pression des essais en eau est de 18,6 MPa. La pression est également déterminée en fonction des exigences du sous-traitant.

5 Portée

5.1 Les échantillons sont normalement soumis à essai après décapage et rinçage soigneux. Les échantillons dont la surface est brute de fabrication peuvent également être soumis à essai sans décapage préalable.

5.2 Lorsque des tubes revêtus d'un autre matériau sur leur surface interne doivent être soumis à essai, ce revêtement est retiré avant de réaliser la mesure afin d'éviter les erreurs de résultat dus aux différents comportements à la corrosion des matériaux.

6 Interférences

Les charges d'autoclaves renfermant un ou plusieurs échantillons présentant une oxydation poussée peuvent, par contamination ambiante, affecter les résultats obtenus sur les autres échantillons dans l'autoclave.

7 Réactifs et matériaux

Au cours de l'essai, sauf indication contraire, seuls des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau comme décrit en 7.4 ou 7.5 sont utilisés.

7.1 **Gaz argon**, pureté supérieure ou égale à 999,9 ml/l.

7.2 **Gaz azote**, pour purger ou contrôler la teneur en oxygène.

7.3 **Mélange argon-hydrogène**, pour purger et chasser l'oxygène dissous.

7.4 **Eau de qualité A**, eau purifiée ayant une résistivité électrique d'au moins 1 M Ω ·cm mesurée à 25 °C avant le début de l'essai.

7.5 **Eau de qualité B**, eau déionisée ou déminéralisée ayant une résistivité électrique d'au moins 0,5 M Ω ·cm à 25 °C. L'eau de qualité B peut être remplacée par de l'eau de qualité A.

7.6 **Détergents et solvants**, pour nettoyer les échantillons, en particulier éthanol et acétone.

7.7 **Acide fluorhydrique (HF)** concentré.

7.8 Acide nitrique (HNO₃) concentré.

7.9 Acide sulfurique (H₂SO₄) concentré.

7.10 Coupon de contrôle.

7.11 Coupon à gain élevé en masse.

8 Appareillage

L'appareillage se compose d'équipements pour :

- a) décaper les échantillons si nécessaire ;
- b) mesurer la superficie et la masse des échantillons, la résistivité et le pH de l'eau, la température et la pression d'essai, la température de décapage et de rinçage ;
- c) effectuer les essais de corrosion en eau ou en vapeur à température et pression élevées.

8.1 Équipement de décapage, se composant d'un bain d'acide, d'un système de rinçage à l'eau courante et à l'eau déionisée, pour éliminer convenablement le métal et le rincer sans laisser de tache. Des réservoirs en polyéthylène ou en polypropylène sont communément utilisés, munis d'un raccord d'alimentation par le fond pour les rinçages à l'eau courante. Les porte-échantillons sont généralement en acier inoxydable de la série 300. Lorsque plusieurs échantillons sont traités à la fois, il est utile d'avoir un plongeur mécanique pour le décapage.

8.2 Autoclaves, construits en acier inoxydable de la série 300 ou en alliages à base de nickel de qualité UNS N06600 ou N06690¹⁾. L'autoclave est pourvu de dispositifs de mesurage et de contrôle de la pression et de la température, de dispositifs de sécurité et de purges d'air. Les systèmes de contrôle de la pression et de la température respectent les exigences du présent document. Les porte-échantillons et autres accessoires intérieurs sont également construits en acier inoxydable de la série 300 ou 400, ou en alliages de nickel de qualité UNS N06600 ou N06690.

8.3 Équipement de mesurage de la taille des échantillons, d'une précision de 50 µm.

8.4 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

9 Phénomènes dangereux

9.1 Les produits chimiques utilisés pour la préparation des échantillons pour essai sont dangereux. Les informations détaillées sur la sécurité de manipulation des composants organiques, acides et produits du zirconium et de ses alliages sont recueillies auprès des autorités compétentes.

9.2 Le fonctionnement des autoclaves à haute pression et haute température est conforme aux instructions du fabricant.

9.3 L'hydrogène gazeux ajouté à la vapeur dans l'autoclave est manipulé conformément aux directives concernant les produits explosifs et inflammables.

9.4 L'eau froide n'est pas ajoutée directement dans l'autoclave pour accélérer le refroidissement en fin d'essai.

¹⁾ Les alliages de qualité UNS N06600 et N06690 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi desdits produits.

10 Échantillonnage, échantillons et unités d'essai

10.1 La taille et la quantité des échantillons, leur mode de prélèvement et de préparation superficielle, ainsi que les critères de réception sont fixés dans la spécification de produit ou par accord entre l'acheteur et le vendeur au moment du contrat. La superficie totale de chaque échantillon est d'au moins 10 cm².

10.2 Chaque échantillon et coupon de contrôle fait l'objet d'une identification individuelle.

11 Préparation de l'appareillage

11.1 Les exigences générales applicables aux autoclaves (8.2) neufs ou rénovés et aux parties d'autoclave utilisées antérieurement pour tester des matériaux autres que ceux du présent document sont les suivantes.

- a) Avant de soumettre à essai des échantillons dans un autoclave neuf ou rénové ou dans un autoclave dont on a changé la robinetterie, la tuyauterie, les joints, etc. en contact avec l'échantillon, nettoyer soigneusement l'appareil à l'éthanol ou à l'acétone (7.6) et le rincer deux fois à l'eau de qualité B (7.5).
- b) Sécher l'autoclave ou les accessoires sous vide ou l'essuyer après l'avoir égoutté à l'aide d'un chiffon propre non pelucheux. Vérifier l'absence totale de contamination. Aucun signe visible de contamination du type graisse, résidus, poussière ou salissures, oxydes ou rouille libres, film de graisse ou d'huile ne doit apparaître à la surface de l'eau, sur les surfaces internes, les joints ou la tête.
- c) Nettoyer tous les accessoires et supports neufs ou rénovés utilisés dans l'autoclave et les rincer à l'eau chaude de qualité B.
- d) Passer ces pièces à l'autoclave pendant au moins 24 h à 400 °C dans de la vapeur à 10,3 MPa ou de préférence à 360 °C dans de l'eau à 18,6 MPa.
- e) Vérifier si les pièces présentent des produits de corrosion. Si tel est le cas ou si la résistivité électrique de l'eau résiduelle après essai est inférieure à 0,1 MΩ·cm, nettoyer les pièces à nouveau et les repasser à l'autoclave.

11.2 Les exigences générales applicables aux autoclaves et pièces utilisés en continu pour des essais de corrosion selon le présent document sont les suivantes.

- a) Tous les autoclaves, accessoires, pièces et supports utilisés en continu ayant fonctionné de façon satisfaisante au cours d'essais antérieurs sont rincés avec de l'eau de qualité B.
- b) Les accessoires et supports présentant des produits de corrosion sont vérifiés après chaque essai et les articles présentant des produits de corrosion libre doivent être rénovés et préparés de nouveau.

12 Étalonnage et normalisation

12.1 Préparation des coupons à gain élevé en masse

Les coupons à gain élevé en masse (7.11) sont sélectionnés dans un lot précédemment soumis à essai. Pour les alliages de type Zircaloy, le matériau choisi subit un traitement thermique spécifique avant exposition en vue de produire le gain en masse désiré lors de l'essai en autoclave. Un traitement de 8 h à 900 °C avec refroidissement à 300 °C à une vitesse ne dépassant pas 3,3 °C/min en atmosphère inerte [par exemple, Ar (7.1)] ou sous vide est une suggestion, mais d'autres modes opératoires sont possibles. Ce traitement est utilisé pour les alliages de type Zircaloy. D'autres types d'alliages peuvent requérir des traitements thermiques différents. Après le traitement thermique, les coupons sont examinés afin de rechercher des traces d'oxyde puis préparés (décapés, par exemple) selon les coupons types.

12.2 Autoclaves

12.2.1 Avant d'être utilisé pour les essais de réception des produits, un autoclave est contrôlé du point de vue thermique de la manière décrite en [12.4.2](#) et doit montrer qu'il est satisfaisant par l'essai d'au moins trois coupons de contrôle dans chacune des parties haute, du milieu et basse du volume utile. Les résultats d'essai sont consignés dans le certificat d'essai de réception de l'autoclave en question. Il est éventuellement possible d'utiliser également des coupons à gain élevé en masse.

Un autoclave neuf ou usagé est considéré comme acceptable si le gain moyen en masse de chaque coupon de contrôle est reproductible à ± 3 écarts-types par rapport au gain moyen en masse du lot de coupons de contrôle.

12.2.2 Le gain moyen en masse et l'écart-type d'un lot de coupons de contrôle ([7.10](#)) et éventuellement, d'un lot de coupons à gain élevé en masse ([7.11](#)) sont déterminés à partir d'au moins un essai en autoclave réalisé de la manière suivante.

- a) Choisir au hasard 12 échantillons dans le lot de coupons de contrôle et/ou dans le lot de coupons à gain élevé en masse.
- b) Préparer tous les échantillons de la manière décrite en [13.4](#) conformément aux exigences préalables à l'essai du présent document.
- c) Placer les 12 ou les 24 échantillons sur un support (voir [Figure 1](#)) et disposer ce dernier dans le volume utile de l'autoclave.
- d) Effectuer l'essai de corrosion dans de la vapeur ou de l'eau conformément à l'une des quatre méthodes décrites en [14.3](#). (standards.iteh.ai)
- e) Retirer les échantillons et les peser conformément aux exigences du présent document.
- f) Calculer et établir le gain moyen en masse et l'écart-type [méthode ($n - 1$)] de chaque série de coupons correspondant à la méthode choisie.

Pour les essais de réception des produits, le gain moyen en masse et l'écart-type des coupons de contrôle correspondent aux valeurs établies comme décrit ci-dessus ou sont calculés périodiquement à partir de toutes les valeurs déterminées sur les trois mois précédents (au moins 21 valeurs).