
**Corrosion des métaux et alliages —
Méthodes d'essais électrochimiques
de corrosion à haute température de
matériaux métalliques dans des sels
fondus**

*Corrosion of metals and alloys — Electrochemical test methods for
high-temperature corrosion testing of metallic materials in molten
salts*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 4905:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/175f3fe2-f3f4-408f-b76b-ddea77dbf93f/iso-4905-2023>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 4905:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/175f3fe2-f3f4-408f-b76b-ddea77dbf93f/iso-4905-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Appareillage	1
4.1 Généralités	1
4.2 Dispositif de chauffage	1
4.3 Unité d'alimentation en gaz	2
4.4 Appareil de mesure électrochimique	3
4.5 Cellule électrochimique	4
4.6 Sel fondu	6
4.7 Atmosphère d'essai	6
5 Mode opératoire	6
5.1 Préparation et mise en place de la cellule électrochimique	6
5.2 Environnement d'essai avec flux de gaz réactif	7
5.3 Mesure électrochimique	7
6 Rapport d'essai	9
6.1 Généralités	9
6.2 Informations du rapport relatives aux mesures de polarisation potentiodynamique	10
6.3 Informations du rapport relatives aux mesures par SIE	10
Annexe A (informative) Exemples de sels fondus et de températures d'essai dans des sels fondus à haute température	11
Annexe B (informative) Exemple d'électrode de référence pour les mesures électrochimiques	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 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 www.iso.org/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.

Introduction

La corrosion des métaux et des alliages dans des sels fondus à haute température est généralement un phénomène de nature électrochimique. Par conséquent, différentes techniques électrochimiques peuvent être utilisées pour évaluer la résistance à la corrosion et le mécanisme de corrosion. Le présent document décrit l'appareillage et les modes opératoires utilisés pour les mesures électrochimiques à haute température dans des sels fondus. Les lignes directrices relatives aux mesures de polarisation potentiostatique et potentiodynamique dans des solutions aqueuses, qui présentent un rapport étroit avec le présent document, sont décrites dans l'ISO 17475.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 4905:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/175f3fe2-f3f4-408f-b76b-ddea77dbf93f/iso-4905-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/175f3fe2-f3f4-408f-b76b-ddea77dbf93f/iso-4905-2023>

Corrosion des métaux et alliages — Méthodes d'essais électrochimiques de corrosion à haute température de matériaux métalliques dans des sels fondus

1 Domaine d'application

Le présent document décrit le mode opératoire général des mesures électrochimiques à haute température dans des sels fondus dans le cas des mesures de polarisation potentiodynamique et des mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE); il décrit également l'appareillage expérimental.

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 8044, *Corrosion des métaux et alliages — Vocabulaire*

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

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

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 de l'ISO 8044 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/>

4 Appareillage

4.1 Généralités

Il convient que l'appareillage d'essai soit composé d'un dispositif de chauffage, d'une unité d'alimentation en gaz, d'un appareil de mesure électrochimique et d'une cellule électrochimique. La [Figure 1](#) représente un modèle basique d'appareillage vertical fermé.

4.2 Dispositif de chauffage

4.2.1 L'appareillage doit comprendre un dispositif de chauffage qui chauffe toutes les éprouvettes à une température uniforme. Le dispositif de chauffage doit comprendre une zone d'essai permettant d'isoler les éprouvettes de l'air extérieur.

4.2.2 Avant les essais, pour définir la zone isotherme, une cartographie de la température dans le réacteur d'essai doit être réalisée à la température d'exposition au moyen d'un thermocouple mobile étalonné. Le dispositif de chauffage (four) doit maintenir la température de la cellule électrochimique dans la plage autorisée indiquée dans le [Tableau 1](#).

4.2.3 L'étalonnage des thermocouples doit être effectué conformément à l'ASTM E220, l'ASTM E230 et l'ASTM E1350. Un thermocouple représentatif du lot de fil métallique peut être étalonné. Les thermocouples doivent être réétalonnés annuellement ou au début et à la fin de chaque essai s'il existe un doute concernant leur stabilité.

Tableau 1 — Tolérance admise sur la température des éprouvettes

Plage de température, °C	≤ 300	300 à 600	600 à 800	800 à 1 000	1 000 à 1 200	> 1 200
Tolérance sur la température, °C	±2	±3	±4	±5	±7	Selon accord

4.3 Unité d'alimentation en gaz

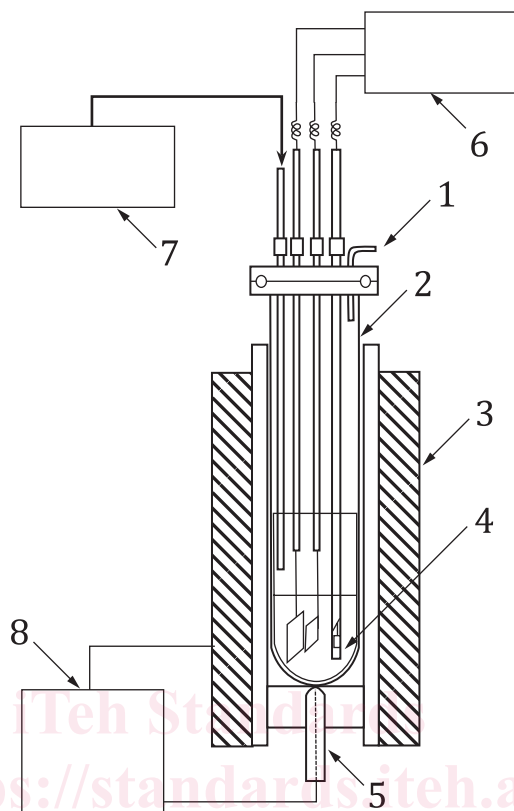
4.3.1 Le système d'alimentation en gaz doit être en mesure de fournir les gaz d'essai à un débit constant au réacteur d'essai illustré à la [Figure 1](#). Le débit gazeux doit être surveillé au moyen d'un débitmètre adapté.

4.3.2 En cas de recours à un régulateur d'humidité, celui-ci doit être en mesure d'ajuster l'humidité à la valeur souhaitée. La température de la canalisation de gaz située entre le régulateur d'humidité et le réacteur d'essai doit être maintenue au-dessus du point de rosée de manière à éviter la condensation. Dans le cas où le gaz est humidifié, la teneur en vapeur d'eau doit être mesurée. Pour ce faire, il est possible, par exemple, d'utiliser un hygromètre placé avant le réacteur d'essai ou de mesurer la quantité

ISO 4905:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/175f3fe2-f3f4-408f-b76b-ddea77dbf93f/iso-4905-2023>

d'eau après condensation des gaz à la sortie ou de mesurer la consommation d'eau de l'humidificateur sur toute la durée de l'essai.



Légende

- 1 sortie de gaz
- 2 réacteur d'essai
- 3 dispositif de chauffage (four)
- 4 cellule électrochimique
- 5 thermocouple
- 6 appareil de mesure électrochimique
- 7 unité d'alimentation en gaz
- 8 dispositif de contrôle de puissance/température

Figure 1 — Représentation schématique du montage d'ensemble pour l'appareil de mesure électrochimique à haute température dans un sel fondu

4.4 Appareil de mesure électrochimique

4.4.1 Il convient que le potentiostat puisse contrôler le potentiel d'électrode de l'essai à ± 1 mV par rapport à la valeur de consigne. Pour les mesures potentiodynamiques, un potentiostat à balayage est utilisé. Pour les mesures de ce type, le potentiostat doit pouvoir balayer automatiquement le potentiel à une vitesse constante entre des potentiels de consigne. Pour les mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), un potentiostat muni d'un dispositif de mesure d'impédance électrochimique est utilisé.

4.4.2 Il convient que l'appareil de mesure du potentiel d'électrode ait 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 de la mesure. Il convient que la sensibilité et l'exactitude de l'instrument soient suffisantes pour détecter toute modification de 1,0 mV.

4.4.3 Utiliser des instruments de mesure du courant appropriés présentant une erreur maximale de 0,5 %.

4.5 Cellule électrochimique

4.5.1 Un système à trois électrodes composé d'une électrode de travail (le métal à polariser), d'une électrode de référence qui permet de mesurer le potentiel d'électrode et d'une contre-électrode (auxiliaire) doit être utilisé. Il convient que la cellule d'essai comprenne des orifices d'entrée et de sortie de gaz et un orifice permettant l'insertion d'un dispositif de mesure de la température. Pour les mesures par SIE, il est admis d'utiliser à la place un système à deux électrodes composé de deux électrodes de travail identiques. Un exemple de cellule à trois électrodes est illustré à la [Figure 2 a\)](#) et un exemple de cellule à deux électrodes à la [Figure 2 b\)](#).

4.5.2 Le réacteur d'essai ne doit pas être constitué 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 composition de l'atmosphère soit négligeable. Il convient que les creusets utilisés pour contenir le sel fondu ne réagissent pas avec le sel; par exemple, un creuset en alumine de haute pureté doit être utilisé pour contenir un bain de sulfates ou de chlorures.

4.5.3 L'électrode de travail est préparée à partir du matériau d'essai à l'étude, généralement sous la forme d'une tige ou d'une tôle mince. La surface de l'électrode de travail, à l'exception de la zone d'essai, doit être protégée par un revêtement isolant qui ne réagit pas avec le sel d'essai ni avec le gaz. La partie immergée sous l'interface sel fondu/gaz doit être considérée comme la surface d'électrode efficace si aucun revêtement isolant approprié n'est identifié. Afin de réduire au minimum les effets de la réaction électrochimique qui se produit au niveau de l'interface des trois phases gaz/électrode/sel fondu, il est recommandé d'utiliser une électrode de travail en drapeau. L'électrode en drapeau peut être fabriquée par poinçonnage ou par électroérosion. Un exemple d'électrode en drapeau est illustré à la [Figure 3](#). Il convient que le niveau du sel fondu ne descende pas en dessous de l'arête supérieure de la partie en drapeau de l'éprouvette. La finition finale de la surface des éprouvettes doit être effectuée l'aide de matériaux abrasifs constitués de particules dont le diamètre moyen est de 15 µm. Elle peut être obtenue en utilisant des abrasifs conformes au [Tableau 2](#). Si une autre finition de surface est requise par les parties impliquées, les conditions de finition de surface doivent faire l'objet d'un accord et être décrites. Après un dégraissage par ultrasons dans un solvant approprié, tel que l'isopropanol ou l'éthanol, les éprouvettes doivent être séchées à l'air chaud.

Tableau 2 — Désignation et diamètre moyen des particules pour les papiers abrasifs appropriés

Norme	Désignation	Diamètre moyen µm
FEPA ^a 43-1 et FEPA 43-2 Série ISO 6344	P1200	15,3 ± 1,0
JIS R 6001-1	#1000	15,6 ± 1,0
ANSI B74.12	600	16,0
^a Federation of European Producers of Abrasives (Fédération des fabricants européens d'abrasifs).		

4.5.4 L'électrode de référence peut être directement insérée dans le sel fondu. Le type d'électrode de référence utilisé dépend de l'application, par exemple, du sel fondu et de la température. L'[Annexe B](#) fournit un exemple d'électrode de référence pour des chlorures fondus, des sulfates fondus et des carbonates fondus.

4.5.5 Il convient que la contre-électrode présente une résistance suffisante à la corrosion dans l'environnement d'essai. Si la réaction au niveau de la contre-électrode est susceptible d'influer sur la