

# NORME INTERNATIONALE 3651/1

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Aciers inoxydables austénitiques – Détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire – Partie I : Essai de corrosion en milieu acide nitrique par mesurage de perte de masse (essai de Huey)

iTeh STANDARD PREVIEW

*Austenitic stainless steels – Determination of resistance to intergranular corrosion –  
Part I : Corrosion test in nitric acid medium by measurement of loss in mass (Huey test)*

Première édition – 1976-08-15

ISO 3651-1:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d188fbc0-4cf3-41a0-af66-9e8d396e3d71/iso-3651-1-1976>

CDU 669.15-194.56 : 620.193.41

Réf. n° : ISO 3651/1-1976 (F)

**Descripteurs** : produit sidérurgique, acier austénitique, acier inoxydable, essai, essai de corrosion intergranulaire, détermination, résistance à la corrosion.

Prix basé sur 2 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 3651/1 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 17, *Acier*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

[standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai/)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Roumanie
Allemagne	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Turquie
Canada	Mexique	U.R.S.S.
Danemark	Norvège	U.S.A.
Espagne	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Aciers inoxydables austénitiques — Détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire —

## Partie I : Essai de corrosion en milieu acide nitrique par mesurage de perte de masse (essai de Huey)

### 1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire, en milieu acide nitrique, des aciers inoxydables austénitiques, par mesurage de la perte de masse (essai de Huey). Elle spécifie également les buts qu'il est possible d'assigner à l'essai.

### 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode n'est applicable qu'aux aciers inoxydables austénitiques, livrés sous forme de produits laminés ou forgés et de tubes, et destinés à l'utilisation en milieu oxydant (par exemple acide nitrique relativement concentré).

#### NOTES

1 Il est important de noter que le résultat de l'essai de corrosion n'est strictement valable que pour le milieu corrosif utilisé dans l'essai. Il constitue une base d'estimation de la résistance à la corrosion intergranulaire, mais ne peut pas être utilisé pour contrôler la résistance à d'autres formes de corrosion (corrosion générale, par piqûres, corrosion sous charge, etc.). Il est nécessaire, pour l'utilisateur, de bien adapter l'essai de corrosion spécifié à l'utilisation qui sera faite du métal. Cet essai ne devra, en aucun cas, être considéré comme un critère absolu de la qualité du métal si d'autres méthodes d'essai peuvent être utilisées. (Dans quelques cas, l'essai de Huey est le seul possible.)

2 Dans certains cas particuliers, le présent essai est utilisé pour vérifier que la structure métallographique du produit est bien adaptée à l'utilisation.

### 3 GÉNÉRALITÉS

**3.1** Par «essais de corrosion intergranulaire», on désigne les essais de corrosion procédant par attaque préférentielle aux joints de grains.

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent être sujets à une telle attaque lorsqu'ils ont été maintenus à une température de 500 à 800 °C environ. Ce cycle thermique, provoquant éventuellement une sensibilisation à la corrosion intergranulaire, peut intervenir lors d'une transformation à chaud (forgeage, laminage), par suite d'une hypotrempe incorrecte ou lors d'une opération de soudage.

NOTE — Dans le domaine d'application de cet essai, la corrosion intergranulaire peut être reliée à la présence, le long des joints de grains,

- d'une zone déchromée due, en général, à une précipitation de carbures de chrome;
- de composés intermétalliques, tels que la phase sigma.

**3.2** L'interprétation des résultats (par exemple taux de corrosion maximal) doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

### 4 BUT DE L'ESSAI

Le présent essai de corrosion intergranulaire peut avoir l'un des buts exposés en 4.1 et en 4.2. Dans le cas où la commande spécifie cet essai de corrosion, le but de l'essai doit être déclaré lors de la commande.

#### 4.1 Vérification de la résistance intrinsèque du métal à la corrosion intergranulaire

Cette vérification s'applique uniquement aux aciers austénitiques spécialement élaborés pour résister à la corrosion intergranulaire. Le métal est contrôlé après avoir subi un traitement thermique de sensibilisation. (Voir chapitre 5.)

#### 4.2 Contrôle de l'efficacité du traitement d'hypotrempe

Ce contrôle ne s'effectue que sur des produits minces pour lesquels la vitesse de refroidissement peut être rendue suffisamment rapide. Il n'a d'intérêt que pour les aciers non définis en 4.1. Le métal est contrôlé à l'état de livraison à l'utilisateur, sans traitement thermique de sensibilisation.

### 5 TRAITEMENT THERMIQUE DE SENSIBILISATION

En vue de vérifier la résistance intrinsèque à la corrosion intergranulaire (voir 4.1), il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique de sensibilisation pour les aciers stabilisés et les aciers à très basse teneur en carbone. Ce traitement de sensibilisation est communément obtenu par un maintien de l'éprouvette durant 30 min à une température de  $700 \pm 10$  °C, suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau). La durée de montée en température ne doit pas dépasser 10 min.

D'autres traitements de sensibilisation, par exemple par préparation d'une éprouvette soudée, peuvent être prévus par accord particulier entre les parties intéressées.

### 6 ESSAI DE CORROSION

#### 6.1 Principe

Une éprouvette, préparée comme spécifié en 6.4.2, est pesée, puis immergée dans une solution bouillante d'acide nitrique durant 5 périodes de 48 h chacune. Le critère d'appréciation de l'essai est la perte de masse déterminée par pesée après chaque période.

**6.2 Solution corrosive**

La solution corrosive est une solution aqueuse d'acide nitrique à  $65 \pm 0,2 \%$  (m/m) ( $\rho_{20}$  1,390 5 à 1,392 4 g/ml).

Les produits utilisés sont des produits dits «réactifs de qualité pour analyse», dont les teneurs en éléments résiduels doivent être les suivantes :

Résidu fixe	≤ 50 mg/kg
Pb	≤ 5 mg/kg
Fe	≤ 2 mg/kg
Mn	essai négatif
As	≤ 0,05 mg/kg
Cl <sup>-</sup>	≤ 1 mg/kg
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	≤ 10 mg/kg
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	≤ 2 mg/kg
F <sup>-</sup>	≤ 1 mg/kg

**6.3 Appareillage**

**6.3.1 Fiole conique**, d'au moins 1 l de capacité, munie d'un réfrigérant à immersion «doigt réfrigérant»<sup>1)</sup>.

D'autres types de réfrigérant, tels qu'un réfrigérant ascendant ayant un nombre de boules au moins égal à 4, peuvent être utilisés. On doit s'assurer, à l'aide d'un papier indicateur, qu'il n'y a pas d'émission de vapeurs acides au cours de l'essai. Pour des mesurages comparatifs, l'appareillage doit rester identique pour tous les essais.

**6.3.2 Support d'éprouvette**, en général en verre.

**6.3.3 Dispositif de chauffage**, pour maintenir la solution en ébullition.

**6.4 Éprouvette**

**6.4.1 Dimensions**

L'éprouvette prélevée sur le produit a sa plus grande dimension située dans le sens du laminage. La dimension de l'éprouvette est déterminée en fonction des facilités de pesée et du volume de solution à utiliser. Cependant, la longueur de l'éprouvette doit être au moins égale au double de la largeur, et la surface totale des tranches perpendiculaires au sens du laminage ou fibrage doit être inférieure à 15 % de la surface totale de l'éprouvette. Lors d'essais comparatifs, le rapport de la surface totale à la surface totale des tranches doit être maintenu constant.

**6.4.2 Préparation**

Suivant le but de l'essai (voir chapitre 4), l'éprouvette, qu'elle ait subi ou non un traitement de sensibilisation, doit être préparée selon les spécifications de 6.4.2.1 ou de 6.4.2.2. Sauf convention contraire à la commande, le mode de préparation sera laissé à l'initiative du fabricant.

**6.4.2.1 PRÉPARATION MÉCANIQUE**

L'éprouvette doit être décalaminée mécaniquement par polissage de toute sa surface, y compris les bords, à l'aide d'un papier ou d'un tissu abrasif de grade 120.

**6.4.2.2 PRÉPARATION CHIMIQUE**

L'éprouvette doit être décalaminée, sans aucune préparation mécanique préalable, dans une solution de 50 volumes d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20}$  1,19 g/ml), 5 volumes d'acide nitrique ( $\rho_{20}$  1,40 g/ml), et 50 volumes d'eau à une température de 50 à 60 °C.

**6.4.2.3 DÉGRAISSAGE**

L'éprouvette doit ensuite être dégraissée avant d'être introduite dans la solution corrosive.

**6.5 Mode opératoire**

Utiliser un volume de la solution corrosive (6.2) d'au moins 20 ml par centimètre carré de surface de l'éprouvette. En général, une seule éprouvette doit être placée par fiole conique. Cependant, il est possible de traiter plusieurs éprouvettes à la fois, à condition qu'elles proviennent toutes d'une même nuance d'acier, et qu'elles soient isolées et distantes les unes des autres d'au moins 5 mm.

Déterminer la masse de l'éprouvette avec une précision de 0,001 g, ainsi que sa surface avec une précision de 5 %. Immerger ensuite l'éprouvette dans la solution corrosive et porter l'ensemble au point d'ébullition de la solution. Faire bouillir durant 5 périodes de 48 h chacune, en utilisant une solution nouvelle pour chaque période. Après chaque période, laver l'éprouvette à l'eau, la sécher et la peser.

Par accord particulier entre les parties intéressées, l'essai peut être limité à 3 périodes de 48 h.

Dans le cas d'essai de plusieurs éprouvettes dans le même récipient, l'essai doit être annulé en totalité si l'on constate, après une période, une perte de masse exagérée de l'une des éprouvettes. L'essai doit être effectué de nouveau en totalité sur les mêmes éprouvettes qui doivent être essayées séparément après avoir subi une nouvelle préparation de surface.

**6.6 Expression des résultats**

L'effet de l'attaque par la solution nitrique est mesuré par la perte moyenne de masse par période.

Le taux de corrosion est donné soit en millimètres par an ( $\text{mm a}^{-1}$ ) par la formule (1), soit en grammes par mètre carré par heure ( $\text{g m}^{-2} \text{h}^{-1}$ ) par la formule (2) :

$$\frac{87\ 600\ m}{S \times \rho \times t} \dots (1)$$

$$\frac{10\ 000\ m}{S \times t} \dots (2)$$

où

*t* est la durée de la période d'attaque, en heures;

*S* est la surface de l'éprouvette, en centimètres carrés;

*m* est la perte moyenne de masse par période, en grammes;

$\rho$  est la masse volumique de l'éprouvette (8 g/cm<sup>3</sup>).

1) Dans le langage courant, ce type de réfrigérant est appelé condenseur «doigt de gant».