
**Détermination de la résistance
à la corrosion intergranulaire des aciers
inoxydables —**

Partie 1:

Aciers inoxydables austénitiques et austéno-
ferritiques (duplex) — Essai de corrosion en
milieu acide nitrique par mesurage de la perte
de masse (essai de Huey)

ISO 3651-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso-3651-1-1998> *Determination of resistance to intergranular corrosion of stainless steels —*

*Part 1: Austenitic and ferritic-austenitic (duplex) stainless steels —
Corrosion test in nitric acid medium by measurement of loss in mass
(Huey test)*



Sommaire	Page	
1	Domaine d'application	1
2	Objectif de l'essai	1
2.1	Vérification de la résistance intrinsèque de l'acier à la corrosion intergranulaire	1
2.2	Contrôle de l'efficacité du traitement d'hypertrempe	1
3	Traitement thermique de sensibilisation	2
4	Essai de corrosion	2
4.1	Principe	2
4.2	Éprouvettes	2
5	Appareillage	3
6	Solution corrosive	5
7	Mode opératoire	5
8	Calcul	5
9	Rapport d'essai	6

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3651-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 7, *Méthodes d'essais (autres que les essais mécaniques et les analyses chimiques)*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3651-1:1976), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 3651 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables*:

- *Partie 1: Aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques (duplex) — Essai de corrosion en milieu acide nitrique par mesure de la perte de masse (essai de Huey)*
- *Partie 2: Aciers inoxydables ferritiques, austénitiques et austéno-ferritiques (duplex) — Essais de corrosion en milieux contenant de l'acide sulfurique*

Introduction

L'expression «essai de corrosion intergranulaire» désigne un essai de corrosion effectué par attaque préférentielle des joints de grains.

Les aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques (duplex), maintenus à une température comprise entre 500 °C et 1 000 °C, peuvent être soumis à ce genre d'attaque. Ce cycle thermique, provoquant éventuellement une sensibilisation à la corrosion intergranulaire, peut intervenir lors d'une transformation à chaud (forgeage ou laminage), par suite d'une hypertrempe incorrecte ou durant le soudage.

NOTE — Dans le domaine d'application de cet essai, la corrosion intergranulaire dans l'acide nitrique peut être associée à un ou plusieurs des facteurs suivants:

- précipitation de carbures de chrome;
- précipitation de composés intermétalliques tels que phase sigma dans les nuances d'acier pour roulements au molybdène;
- ségrégation en impuretés dans les joints de grains.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3889c28d-334b-4aa4-a2fa-f16c1e166688/iso-3651-1-1998>

L'interprétation des résultats de l'essai (par exemple vitesse de corrosion maximale) doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Détermination de la résistance à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables —

Partie 1:

Aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques (duplex) — Essai de corrosion en milieu acide nitrique par mesurage de la perte de masse (essai de Huey)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3651 spécifie une méthode d'essai pour déterminer la résistance à la corrosion intergranulaire, en milieu acide nitrique, des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques (duplex), par mesurage de la perte de masse (essai de Huey). Elle spécifie également les objectifs qu'il est possible d'assigner à l'essai.

La méthode n'est applicable qu'aux aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques (duplex) livrés sous forme de produits moulés, laminés ou forgés, et de tubes, et destinés à être utilisés dans un milieu fortement oxydant (par exemple acide nitrique relativement concentré). En général l'essai de Huey ne doit pas être utilisé pour les nuances au molybdène, à moins que le matériel contrôlé ne soit utilisé en milieu acide nitrique.

NOTE — 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 servir à vérifier la résistance à d'autres formes de corrosion (corrosion générale, corrosion par piqûres, corrosion sous contrainte etc.). L'utilisateur devra nécessairement adapter l'essai de corrosion spécifié à l'usage qu'il désire faire de l'acier. Il ne faut en aucun cas considérer cet essai comme un critère absolu de la qualité du métal.

2 Objectif de l'essai

Le présent essai de corrosion intergranulaire peut avoir l'un des objectifs énoncés en 2.1 et 2.2. Dans le cas où la commande spécifie cet essai de corrosion, l'objectif de l'essai doit être prescrit lors de la commande.

2.1 Vérification de la résistance intrinsèque de l'acier à la corrosion intergranulaire

Cette vérification s'applique uniquement aux aciers austénitiques spécialement élaborés pour résister à la corrosion intergranulaire en milieu fortement oxydant. L'échantillon est contrôlé après avoir subi un traitement thermique de sensibilisation (voir 3).

2.2 Contrôle de l'efficacité du traitement d'hypertrempe

Ce contrôle ne s'effectue que sur les produits minces dont la vitesse de refroidissement peut être rendue suffisamment rapide. L'échantillon est contrôlé à l'état de livraison à l'utilisateur, sans traitement thermique de sensibilisation.

3 Traitement thermique de sensibilisation

En vue de vérifier la résistance intrinsèque à la corrosion intergranulaire (voir 2.1), un traitement thermique de sensibilisation doit être effectué pour les aciers stabilisés et les aciers à très basse teneur en carbone ($C \leq 0,03 \%$). Ce traitement de sensibilisation est communément obtenu par le maintien de l'éprouvette durant 30 min à une température de $700 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$, 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 peuvent être prévus par accord particulier entre les parties intéressées.

Les éprouvettes soudées ne doivent pas subir un traitement de sensibilisation.

4 Essai de corrosion

4.1 Principe

Une éprouvette, préparée comme spécifié en 4.2.2, 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.

4.2 Éprouvettes

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.2.1 Dimensions

L'éprouvette prélevée sur le produit corroyé doit avoir sa plus grande dimension située dans le sens du laminage. Pour les produits corroyés et moulés, l'éprouvette doit être découpée le plus près possible de la surface. La dimension de l'éprouvette est déterminée en fonction des facilités de pesée et du volume de solution à utiliser. Toutefois, la longueur de l'éprouvette doit être au moins égale au double de la largeur, et la surface totale des sections droites perpendiculaires au sens de laminage ou au 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 sections droites doit être maintenu constant.

4.2.2 Préparation

Suivant l'objectif de l'essai (voir 2), l'éprouvette, qu'elle ait ou non subi un traitement de sensibilisation, doit être préparée selon les spécifications de 4.2.2.1 ou 4.2.2.2.

Sauf convention contraire à la commande, la méthode de préparation doit être laissée à l'initiative du fabricant et doit être consignée dans le rapport d'essai.

4.2.2.1 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, exempt de fer, de qualité 120 ou plus fin.

Une surchauffe de l'éprouvette doit être évitée.

4.2.2.2 Préparation chimique

L'éprouvette, sans traitement mécanique préalable, doit être décalaminée, durant moins d'une heure, soit dans une solution formée 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 °C à 60 °C, soit dans une solution formée de 50 volumes d'acide chlorhydrique et 50 volumes d'eau à température ambiante.

Dans le cas d'une préparation chimique, on doit vérifier à l'avance que ce traitement n'induit pas lui-même de corrosion intergranulaire. Il est recommandé que cela soit réalisé par un examen micrographique d'échantillons de chaque nuance d'acier contrôlée.

4.2.2.3 Dégraissage

Immédiatement avant d'être placée dans la solution corrosive, l'éprouvette doit être dégraissée à l'aide d'un agent approprié non chloré, rincée et séchée.

5 Appareillage

Voir figure 1.

5.1 Un Erlenmeyer, d'une capacité d'au moins 1 l, équipé d'un condenseur «doigt de gant», ou un Erlenmeyer à joint rodé équipé d'un condenseur d'Allihn à quatre boules au minimum, peut être utilisé. Dans le cas de l'utilisation d'un condenseur d'Allihn, 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.

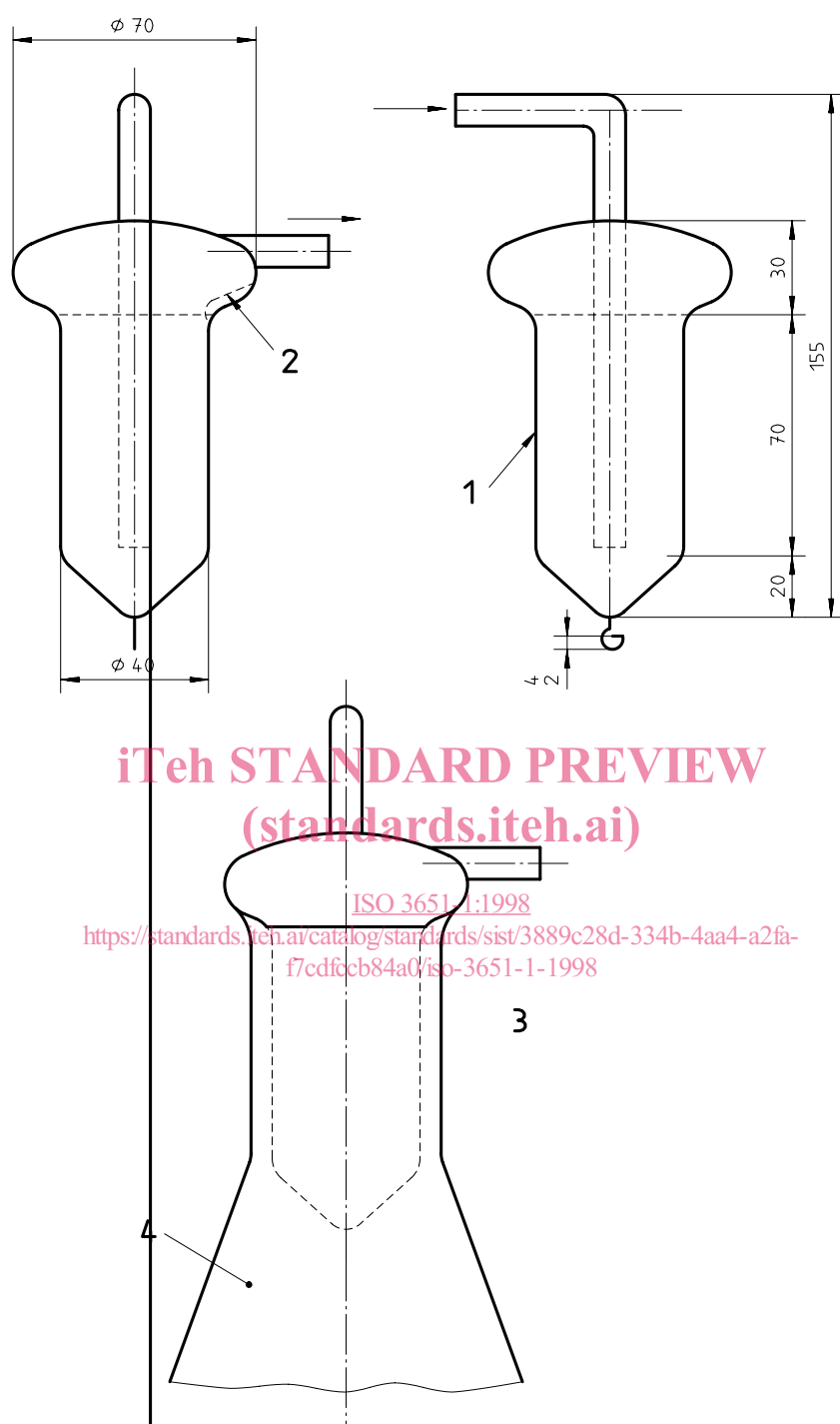
NOTE — Il a été démontré que la vitesse de corrosion obtenue avec un condenseur à reflux a tendance à être plus élevée qu'avec le condenseur «doigt de gant» en raison d'une plus grande perte de vapeurs.

5.2 Support d'éprouvette, généralement en verre.

Dans le cas où plusieurs éprouvettes sont essayées dans le même récipient, le support doit être conçu de manière à garantir une conformité avec les spécifications données en 7.

5.3 Dispositif de chauffage, pour maintenir la solution en ébullition.

Dimensions en millimètres

**Légende**

- 1 Épaisseur du verre = 1,5 mm environ
- 2 2 ou 3 entailles (pour éviter le jointage par condensation)
- 3 Schéma de montage du condenseur
- 4 Erlenmeyer

Figure 1 — Exemple de condenseur à doigt réfrigérant

6 Solution corrosive

La solution corrosive doit être une solution aqueuse d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$) à $65 \% \pm 0,2 \%$ (m/m).

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

Résidu fixe	$\leq 50 \text{ mg/kg}$
Pb	$\leq 5 \text{ mg/kg}$
Fe	$\leq 4 \text{ mg/kg}$
Mn	essai négatif
As	$\leq 1 \text{ mg/kg}$
Cl ⁻	$\leq 3 \text{ mg/kg}$
SO ₄ ²⁻	$\leq 50 \text{ mg/kg}$
PO ₄ ³⁻	$\leq 10 \text{ mg/kg}$
F ⁻	$\leq 3 \text{ mg/kg}$

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

ISO 3651-1:1998

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3889c28d-334b-4aa4-a2fa-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3889c28d-334b-4aa4-a2fa-7e1fc840f50-3651-1-1998)

Utiliser un volume de solution corrosive (6) d'au moins $20 \text{ ml}\cdot\text{cm}^{-2}$ 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.

Une corrosion excessive de l'un des échantillons peut conduire à une corrosion accélérée des autres échantillons testés avec celui-ci.

En cas de litige, une seule éprouvette doit être placée par fiole.

Déterminer la masse de l'éprouvette avec une exactitude de 0,001 g ainsi que sa surface avec une exactitude 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 $48 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$ chacune, en utilisant une solution nouvelle pour chaque période. Après chaque période, laver l'éprouvette à l'eau, la sécher et la peser. Des précautions doivent être prises pour éviter la formation excessive de bulles au cours de l'ébullition.

Le nombre de périodes d'essai peut être modifié par accord entre les parties intéressées.

8 Calcul

L'effet de l'attaque par la solution nitrique est mesuré par la perte de masse après chaque période d'essai et pour l'ensemble des périodes d'essai.