
**Méthode de mesure de la perméation
de l'hydrogène et détermination de
l'absorption d'hydrogène et de son
transport dans les métaux à l'aide
d'une technique électrochimique**

*Method of measurement of hydrogen permeation and determination
of hydrogen uptake and transport in metals by an electrochemical
technique*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
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 Symboles	3
5 Principe	3
6 Échantillons	5
6.1 Dimensions	5
6.2 Préparation	5
7 Appareillage	6
8 Considérations sur le milieu d'essai	8
9 Mode opératoire d'essai	9
10 Contrôle et suivi du milieu d'essai	11
11 Analyse des résultats	12
11.1 Généralités	12
11.2 Analyse du courant stationnaire	12
11.3 Analyse du transitoire de perméation	12
12 Rapport d'essai	15
Annexe A (informative) Milieux d'essai recommandés pour les alliages spécifiques	17
Bibliographie	20

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 appelée 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant:

Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17081:2004), dont elle constitue une révision mineure. La [Figure 1](#) a été corrigée et la [Figure 2](#) a été rendue indépendante de la langue.

Méthode de mesure de la perméation de l'hydrogène et détermination de l'absorption d'hydrogène et de son transport dans les métaux à l'aide d'une technique électrochimique

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode de laboratoire pour le mesurage de la perméation de l'hydrogène et la détermination de l'absorption et du transport des atomes d'hydrogène dans les métaux à l'aide d'une technique électrochimique. Le terme «métal» utilisé dans la présente Norme internationale comprend les alliages.

1.2 La présente Norme internationale décrit une méthode permettant d'évaluer l'absorption d'hydrogène dans les métaux sur la base du mesurage d'un flux stationnaire d'hydrogène. Elle décrit également une méthode permettant de déterminer le coefficient de diffusion effective des atomes d'hydrogène dans un métal et de faire une distinction entre le piégeage réversible et le piégeage irréversible.

1.3 La présente Norme internationale fournit des exigences concernant la préparation des éprouvettes, le contrôle et le suivi des variables environnementales, les modes opératoires d'essai et l'analyse des résultats.

1.4 La présente Norme internationale peut s'appliquer, en principe, à tous les métaux pour lesquels la perméation de l'hydrogène est mesurable et la méthode peut être utilisée pour classer l'agressivité relative de différents environnements en termes d'absorption d'hydrogène par le métal exposé.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 17475, *Corrosion des métaux et alliages — Méthodes d'essais électrochimiques — Lignes directrices pour la réalisation de mesures de polarisations potentiostatique et potentiodynamique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 chargement

méthode d'introduction de l'hydrogène atomique dans le métal par exposition à un milieu aqueux sous contrôle galvanostatique (courant de charge constant), potentiostatique (potentiel d'électrodes constant), par exposition à la corrosion libre ou à un gaz

3.2 cellule de chargement

compartiment dans lequel les atomes d'hydrogène sont générés à la surface de l'échantillon, comprenant à la fois le chargement par mode gazeux et aqueux

3.3

courant de décroissance

décroissance du courant d'oxydation des atomes d'hydrogène après avoir atteint le régime stationnaire, suite à une baisse du courant de charge

3.4

seconde loi de Fick

équation différentielle du second degré décrivant, dans le cas présent, la concentration en hydrogène atomique dans l'échantillon en fonction de l'emplacement et de la durée

Note 1 à l'article: L'équation est de la forme $\partial C(x, t)/t = D\partial^2 C(x, t)/\partial x^2$ pour une diffusion dans le réseau unidimensionnelle avec un coefficient de diffusion indépendant de la concentration. Voir le [Tableau 1](#) pour une explication des symboles.

3.5

flux d'hydrogène

quantité d'hydrogène traversant l'échantillon de métal, par unité de surface et par unité de temps

3.6

absorption d'hydrogène

hydrogène atomique absorbé dans le métal suite au chargement

3.7

piège irréversible

site de microstructure dans lequel le temps de maintien d'un atome d'hydrogène est infini ou extrêmement long comparé au temps alloué pour l'essai de perméation à la température appropriée

3.8

atomes d'hydrogène mobiles

atomes d'hydrogène situés dans des sites interstitiels du réseau (sites du réseau cristallin) et dans des sites de piégeage réversible

3.9

cellule d'oxydation

compartiment dans lequel les atomes d'hydrogène sortant de l'échantillon de métal sont oxydés

3.10

courant de perméation

courant mesuré dans la cellule d'oxydation en association avec l'oxydation des atomes d'hydrogène

3.11

flux de perméation

flux d'hydrogène sortant de l'échantillon pour essai dans la cellule d'oxydation

3.12

transitoire de perméation

variation du courant de perméation dans le temps depuis le début du chargement jusqu'à ce que l'état stationnaire soit atteint, ou jusqu'à modification des conditions de chargement

3.13

poison de recombinaison

produit chimique du milieu d'essai de la cellule de chargement favorisant l'absorption de l'hydrogène en retardant la recombinaison des atomes d'hydrogène à la surface du métal

3.14

piège réversible

site de microstructure pour lequel le temps de maintien d'un atome d'hydrogène est plus grand que pour un site du réseau mais petit comparé au temps nécessaire pour atteindre un état de perméation stationnaire

4 Symboles

Le [Tableau 1](#) donne une liste de symboles et leurs désignations.

Tableau 1 — Symboles et leurs désignations et unités

Symbole	Désignation	Unité
A	Surface exposée de l'échantillon dans la cellule d'oxydation	m^2
$C(x, t)$	Concentration en hydrogène dans le réseau en fonction de l'emplacement et du temps	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
C_0	Concentration subsurfacique en hydrogène atomique dans les sites interstitiels du réseau du côté de chargement de l'échantillon	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
C_{0R}	Somme de la concentration subsurfacique en hydrogène atomique dans les sites interstitiels du réseau et dans les sites de piégeage réversible du côté de chargement de l'échantillon	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
D_l	Coefficient de diffusion dans le réseau de l'hydrogène atomique	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
D_{eff}	Coefficient de diffusion effective de l'hydrogène atomique en fonction du temps écoulé et correspondant à $J(t)/J_{ss} = 0,63$	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
F	Constante de Faraday ($F = 96\,485 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$)	$\text{C} \cdot \text{mol}^{-1}$
$J(t)$	Flux de perméation de l'hydrogène atomique en fonction du temps, mesuré du côté de l'oxydation de l'échantillon	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
J_{ss}	Flux de perméation de l'hydrogène atomique en état stationnaire, mesuré du côté de l'oxydation de l'échantillon	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
$J(t)/J_{ss}$	Flux normalisé de l'hydrogène atomique	1
$I(t)$	Courant de perméation de l'hydrogène atomique en fonction du temps	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$
I_{ss}	Courant de perméation de l'hydrogène atomique en état stationnaire	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$
L	Épaisseur de l'échantillon	m
t	Temps écoulé depuis le commencement du chargement en hydrogène	s
t_b	Temps écoulé mesuré en extrapolant la partie linéaire du transitoire de courant de perméation croissant	s
t_{lag}	Temps nécessaire pour obtenir une valeur de $J(t)/J_{ss} = 0,63$	s
x	Distance dans l'échantillon mesurée dans le sens de l'épaisseur	m
τ	Temps normalisé ($D_l t/L^2$)	1
τ_{lag}	Temps normalisé pour atteindre la valeur de $J(t)/J_{ss} = 0,63$	1

5 Principe

5.1 Cette technique consiste à placer l'échantillon de métal à analyser entre les cellules de chargement et d'oxydation, la cellule de chargement contenant le milieu nécessaire. Les atomes d'hydrogène sont générés à la surface de l'échantillon exposée à ce milieu.

5.2 Dans les milieux gazeux, les atomes d'hydrogène sont générés par adsorption et dissociation des espèces gazeuses. Dans les milieux aqueux, les atomes d'hydrogène sont produits par réactions électrochimiques. Dans les deux cas, certains atomes d'hydrogène traversent par diffusion l'échantillon de métal et sont ensuite transformés par oxydation en cations d'hydrogène à leur sortie de l'autre côté du métal dans la cellule d'oxydation.

Un revêtement en palladium est parfois appliqué sur un ou les deux côtés de la membrane après le retrait initial des films d'oxyde. Un revêtement en palladium sur la face de chargement de la membrane modifie la concentration en hydrogène subsurfacique du substrat ainsi que le courant de perméation mesuré. Il est important de vérifier que le calcul du coefficient de diffusion n'est pas influencé par le revêtement. Le revêtement en palladium est particulièrement utile pour le chargement par mode gazeux.