

Méthode d'Essai L-14415

EVALUATION DE L'EFFICACITE
DES INHIBITEURS DE CORROSION
POUR SYSTEMES MULTIMETALLIQUES (MOTEURS)

Ce test s'inspire de la norme ASTM D 1384-93 intitulée : " Méthode d'essai standard pour tester l'effet corrosif des liquides de refroidissement moteur. " Cette modification a été imaginée pour tester l'efficacité des inhibiteurs de corrosion liquides conçus pour protéger les systèmes multi métalliques rencontrés dans les moteurs.

SOMMAIRE

- I) DOMAINE D'APPLICATION
- II) DOCUMENTS DE REFERENCE
- III) RESUME ET METHODE D'ESSAI
- IV) APPLICATION A D'AUTRES DOMAINES
- V) APPAREILLAGE
- VI) ECHANTILLONS METALLIQUES
- VII) MISE EN PLACE DES ECHANTILLONS
- VIII) SOLUTION D'ESSAI
- IX) CONDITIONS D'ESSAI
- X) PREPARATION DES ECHANTILLONS
- XI) PROCEDURE
- XII) PROCEDURE DE NETTOYAGE POST-OPERATOIRE DES ECHANTILLONS
- XIII) DETERMINATION DES FACTEURS DE PERTE PAR NETTOYAGE
- XIV) EXPRESSION DES RESULTATS

I - DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode d'essai permet d'évaluer l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion dans le système où celui-ci va être introduit. On pourra ainsi déterminer la dose minimale d'inhibiteur nécessaire pour une bonne protection, dans les différentes substances utilisées dans les moteurs : carburant, lubrifiant, liquide de refroidissement. Ce test devra donc être effectué avec le système considéré, dans des conditions spécifiques à ce système.

Les résultats sont exprimés en unité du système international et n'ont de signification qu'au regard de ce test.

II - DOCUMENTS DE REFERENCE

Les documents de référence sont issus des Normes ASTM suivantes :

- D 1384-93 : Méthode d'essai standard pour tester l'effet corrosif des liquides de refroidissement moteur.
- D 1176 : Méthode d'essai pour échantillonnage et préparation des solutions aqueuses de liquides de refroidissement moteur et d'additifs anticorrosion dans le but de les tester
- G 1 : Méthode pour préparer, nettoyer et mesurer les échantillons .

III - RESUME ET METHODE D'ESSAI

Dans cette méthode, les trois types d'échantillons métalliques choisis permettent de reproduire le type de phénomène rencontré dans les moteurs, à savoir une corrosion galvanique induit par la présence de plusieurs métaux de nature différente dans un milieu agressif.

Ces échantillons sont totalement immergés dans le système à tester, celui-ci étant continuellement aéré et maintenu à une température bien déterminée (selon le type de système, de 40 à 90 °C). La durée d'essai est de 336 h.

L'efficacité inhibitrice de corrosion est évaluée en mesurant le changement de poids des échantillons métalliques. Chaque test doit être au moins triplé et une perte de poids moyenne doit être déterminée pour chaque métal. Pour chaque inhibiteur et pour chaque milieu, le test doit prévoir un essai témoin.

IV - APPLICATION A D'AUTRES DOMAINES

Ce test peut également permettre de déterminer l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion dans des systèmes à un seul métal, rencontrés par exemple dans les systèmes de production ou de stockage.

V- APPAREILLAGE. (fig.1)

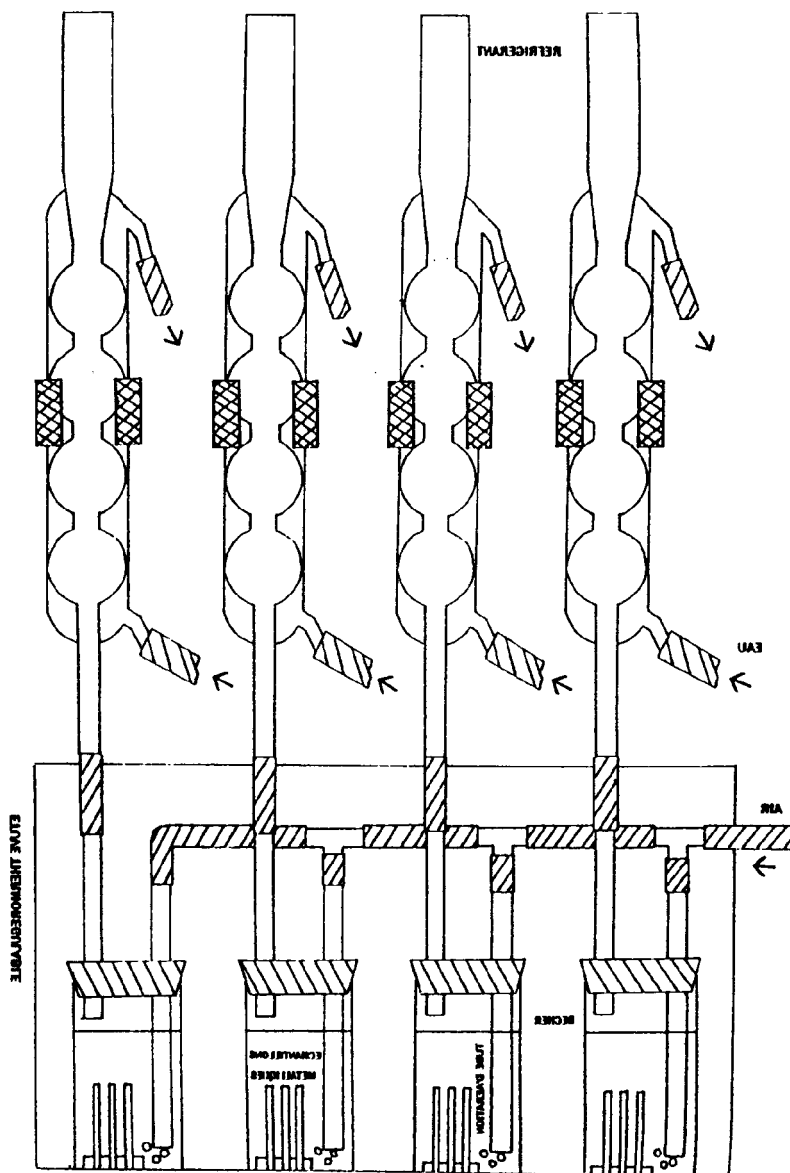


FIGURE 1 : SCHEMA DU MONTAGE

- Chauffage : étuve thermorégulable avec affichage de température, d'une contenance d'environ 15 litres ;

- Réceptacle : bûcher de 150 ml en verre résistant, sans bec verseur, hauteur 95 mm, diamètre 54 mm, contenant le système à tester. Le bûcher est fermé hermétiquement à l'aide d'un bouchon en caoutchouc silicone adapté, sur lequel on peut monter un réfrigérant et un système d'aération continue.

- Système de condensation des vapeurs : réfrigérant à boule en verre, d'une longueur totale 400 mm, diamètre du manchon 38 mm.

- Système d'aération : tube d'aération ou circule de l'air en continu à l'aide d'une pompe. Possibilité de réglage du débit d'air.

VI - ECHANTILLONS METALLIQUES

Les échantillons métalliques utilisés dans ce test sont des nuances des métaux ou alliages suivant :

- Acier : correspond à la nuance ETA60 et est certifié conforme par le fournisseur.

Dimensions : 40 x 20 mm, épaisseur 3 mm.

La composition chimique de l'acier est comme suit :

C : 0,17 à 0,23 %

Mn : 0,30 à 0,60 %

P : 0,040 % maximum

S : 0,050 % maximum

- Cuivre : répond à la nuance cuivre, 99,9 % de pureté, certifié conforme par le fournisseur.

Dimensions : 40 x 20 mm, épaisseur 3 mm.

- Aluminium : répond à la nuance 6060, certifié conforme par le fournisseur.

Dimensions : 40 x 20 mm, épaisseur 3 mm.

D'autres nuances sont bien sûr utilisées pour les pièces moteurs. Il est possible d'effectuer ce test avec les nuances voulues si celles-ci sont plus représentatives d'un milieu particulier.

VII - MISE EN PLACE. (fig. 2)

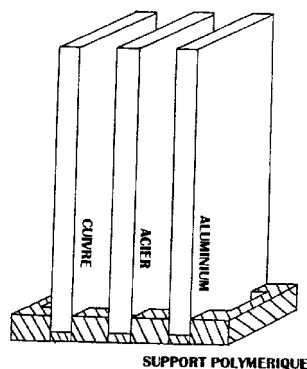


FIGURE 2 : ASSEMBLAGE DES ECHANTILLONS.

Les échantillons sont disposés sur des supports en polymère neutre, résistant à haute température. Les plaques sont espacées l'une de l'autre de 5 mm, dans l'ordre indiqué sur la figure 2. L'assemblage est disposé au fond du bêcher et est totalement immergé dans la solution d'essai.

VIII - SOLUTION D'ESSAI

Le milieu à tester (liquide de refroidissement ou autre) doit être mélangé avec de l'eau "corrosive" pour donner une solution à 33 1/3 % en volume de liquide d'essai.

L'inhibiteur de corrosion est ajouté à ce liquide à la dose choisie. Quatre tests peuvent être réalisés en même temps ; l'un servira de test témoin (sans inhibiteur), les trois autres auront des doses différentes en inhibiteur.

L'eau "corrosive" doit contenir 150 ppm de chacun des ions suivant :

- sulfate
- chlorure
- bicarbonate

Ces ions seront introduits sous forme de sels de sodium. L'eau corrosive peut être préparée en dissolvant les quantités suivantes des sels anhydres dans 1 litre d'eau distillée :

- sulfate de sodium : 222 mg
- chlorure de sodium : 247,5 mg
- bicarbonate de sodium : 207 mg.

IX - CONDITIONS D'ESSAI

Montage :

La disposition des échantillons métalliques, du tube d'aération et des autres composants du système est montrée figure 1.

Température d'essai :

La température requise dépend du système que l'on désire tester. Cette température est définie en fonction du point d'ébullition de ce système. A titre d'exemple, si le système considéré est un liquide de refroidissement à bas point d'ébullition, cette température sera de 71 °C (ASTM D1384-93).

Vitesse d'aération :

Elle doit être réglée à 30 +/- 5 ml / min dans chaque tube d'aération. Celui-ci doit être placé au moins à 1 cm des échantillons métalliques pour éviter tout contact.

Durée d'essai :

Le test est réalisé en continu pendant 336 heures (deux semaines).

X - PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les échantillons d'acier et d'aluminium sont frottés avec du papier abrasif grade n°60. Les arêtes et la surface sont ensuite lissés à l'aide d'un papier au silicate de calcium humide grade n°320. Le ponçage est suivi d'un nettoyage à l'aide d'une brosse humide. Les échantillons de cuivre sont brossés vigoureusement à l'aide d'une brosse humide puis d'une pierre ponce pour éliminer toute trace d'oxyde. Les plaques sont ensuite rincées abondamment à l'eau courante puis à l'acétone. Elles sont séchées et pesées au mg.

XI - PROCEDURE

Le montage permet de réaliser quatre essais en même temps, dont l'un d'eux est l'essai témoin. La procédure d'essai est la suivante :

1. Nettoyer soigneusement toutes les éléments en verre du montage : bêchers, réfrigérants, tubes d'aération et les rincer abondamment à l'eau.
2. Après avoir préparé les échantillons métalliques selon la procédure précédente et pesé chacun d'eux au mg, les assembler comme indiqué sur la figure 2. Placer cet assemblage au fond du bêcher.
3. Verser 110 g de la solution d'essai préparée selon la procédure VIII dans chaque bêcher.
4. Monter le réfrigérant et le tube d'aération sur le bêcher et régler la vitesse d'aération.
5. Fermer hermétiquement l'étuve et régler le thermostat à la température souhaitée. Mettre en route le circuit d'eau dans les réfrigérants, à une vitesse suffisante pour une condensation efficace.
6. Vérifier le montage une fois par jour afin de s'assurer de la stabilité de la température, de la vitesse d'aération et du niveau de la solution d'essai dans les bêchers. Compléter si besoin les pertes par évaporation en ajoutant de l'eau distillée.

7. A la fin de la période d'essai, désassembler immédiatement les échantillons et les brosser légèrement avec une brosse souple humide pour éliminer les produits de corrosion superficiels. Pour éliminer les couches plus tenaces, les échantillons doivent subir individuellement un traitement de nettoyage indiqué ci-après.
8. Peser les échantillons ainsi traités au mg.

XII - PROCEDURE DE NETTOYAGE POST-OPERATOIRE DES ECHANTILLONS

Traitement de l'acier :

Décaper à l'aide d'une brosse en laiton, puis d'une brosse humide puis d'un papier abrasif humide au silicate de calcium grade n° 320.

Traitement de l'aluminium :

Plonger l'échantillon dans une solution à 10 % en acide orthophosphorique chauffée à 80°C pendant 5 min. Rincer à l'eau, brosser légèrement à l'aide d'une brosse souple, puis rincer à nouveau. Si le film persiste, plonger l'échantillon dans l'acide nitrique concentré pendant 1 min, puis recommencer depuis le début.

Traitement du cuivre :

Plonger l'échantillon dans une solution 1+1 d'acide chlorhydrique concentré et d'eau pendant 15 secondes pour éliminer le film terne. Rincer à l'eau courante pour éliminer l'acide et nettoyer avec une brosse humide puis une pierre ponce.

Après chacun de ces traitements, rincer abondamment tous les échantillons, d'abord à l'eau, puis à l'acétone. Les sécher complètement avant de les peser.

Il est judicieux de déterminer la perte de poids subie par les échantillons due à la procédure de nettoyage elle-même. Cette perte de poids sera déduit de celle mesurée en fin de test ; on obtiendra le changement de poids effectif.

XIII - DETERMINATION DES FACTEURS DE PERTE PAR NETTOYAGE

Chaque échantillon métallique non-testé est pesé au mg et traité selon la procédure de nettoyage post-opératoire correspondante. Ils sont alors pesés une nouvelle fois au mg. La différence entre les deux valeurs est le facteur de perte par nettoyage fcl. La perte de masse effective subie par l'échantillon est :

$$\text{perte de masse effective} = \text{perte de masse mesurée} - \text{fcl}$$

XIII - EXPRESSION DES RESULTATS

Les changements de poids mesurés sont exprimés en mg pour une durée d'essai donnée. Pour établir des comparaisons, il est préférable que tous les tests aient la même durée. On reporte les valeurs trouvées et corrigées pour chaque métal, chaque concentration en inhibiteur et chaque essai. Le tableau récapitulatif se présente donc ainsi :

Métal	Changement de poids par échantillon en mg-Durée d'essai : t				
	Essai	Témoin	X1% en inhibiteur	X2% en inhibiteur	X3% en inhibiteur
Cuivre	1				
	2				
	3				
Aluminium	1				
	2				
	3				
Acier	1				
	2				
	3				

Si la valeur déterminée au cours d'un essai diverge complètement de celles déterminées au cours des deux autres essais, il faut l'écarter du rapport final.

DETERMINATION DES FACTEURS DE PERTE PAR NETTOYAGE POUR LE CUIVRE, L'ACIER ET L'ALUMINIUM

A - DEFINITION

Les facteurs de perte par nettoyage sont les pertes de poids qu'ont subit les échantillons métalliques lors de leur procédure de nettoyage post-opératoire, décrite dans la méthode d'essai L-14415 pour " l'Evaluation de l'Efficacité des Inhibiteurs de Corrosion pour Systèmes Multi métalliques (moteurs)."

B- PROCEDURE

Les échantillons métalliques utilisés sont décrits dans le paragraphe VI de la méthode d'essai. Chaque échantillon (non testé) est pesé au mg près et traité suivant la procédure de nettoyage qui lui est propre. Il est alors de nouveau pesé au mg. La différence entre les deux valeurs est le facteur de perte par nettoyage : fcl .

C- RESULTATS

Pour chaque échantillon métallique, cinq essais sont effectués. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

Facteurs de perte par nettoyage en mg			
Essai	Cuivre	Aluminium	Acier
1	4	7	2
2	4	7	3
3	3	7	2
4	4	6	2
5	3	7	3

On peut déterminer un facteur de perte par nettoyage moyen pour chaque métal :

- Cuivre : fcl = 4 +/- 1 mg
- Aluminium : fcl = 7 +/- 1 mg
- Acier : fcl = 2 +/- 1 mg

D - UTILISATION

Les valeurs de fcl sont utilisées pour déterminer la perte de poids effective qu'a subit l'échantillon métallique au cours du test ; c'est à dire la perte de poids due à l'attaque du métal au cours de la procédure uniquement. On a :

$$\text{Perte de poids effective} = \text{perte de poids mesurée} - \text{fcl}$$

Les valeurs présentées ci-dessus ne sont valables que dans le cas où les échantillons métalliques et la procédure post-opératoire de nettoyage répondent aux critères donnés dans la méthode d'essai citées plus haut.