

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE



**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie des Matériaux

**Etude de la corrosion sous contrainte en milieu chloruré d'un faisceau tubulaire d'un échangeur de chaleur en acier inoxydable austénitique 316L**

Présenté et soutenu publiquement par : **BENKHELIFA Athmane**

**Composition du Jury :**

Président:	M. A. ABADLI	Professeur	ENP
Rapporteurs :	M. L. HEMMOUCHE	Docteur	EMP
	M. L. DJEHLAL	Professeur	ENP
Examineurs	M. N HAMEDI	Docteur	U Blida
	M. A M. KASSER	Docteur	ENP

ENP 2020



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE



**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie des Matériaux

**Etude de la corrosion sous contrainte en milieu chloruré d'un faisceau tubulaire d'un échangeur de chaleur en acier inoxydable austénitique 316L**

Présenté et soutenu publiquement par : **BENKHELIFA Athmane**

**Composition du Jury :**

Président:	M. A. ABADLI	Professeur	ENP
Rapporteurs :	M. L. HEMMOUCHE	Docteur	EMP
	M. L. DJEGHLAL	Professeur	ENP
Examineurs	M. N HAMEDI	Docteur	U Blida
	M. A M. KASSER	Docteur	ENP

## نبذة مختصرة

الهدف من هذا العمل هو إبراز ظاهرة التآكل الإجهادي للفولاذ الأوستنيتي المقاوم للصدأ (AISI 316L) ، المعرض لضغط ميكانيكي وتحديد أسباب تلف المبادل الحراري .

أتاحت النتائج المتحصل عليها فهم آلية التآكل الإجهادي والعوامل المتسببة في حدوثه وهي: ظاهرة الجر التي تؤدي قيمة حرجة منها الى بدء الشقوق .من خلال دراستنا، اتضح أن ظاهرة التآكل في المبادلات الحرارية غاية في التعقيد وتنطوي على التعب الحراري، القاذورات، التآكل والاهتزازات.

**الكلمات المفتاحية:** الفولاذ الأوستنيتي المقاوم للصدأ L316، التآكل الإجهادي، الإجهاد، التكسير، المبادل الحراري.

## Abstract

The objective of this work is to highlight the phenomenon of stress corrosion of austenitic stainless steel (AISI 316L), subjected to mechanical stress and to identify the causes of damage of the heat exchanger.

The results obtained made it possible to understand the mechanism of stress corrosion and the factors that leads to this type of corrosion which are: a tensile stress and its critical value for the initiation of cracks. Through our study, it turned out that the phenomenon in heat exchangers is more complex and involves thermal fatigue, fouling, corrosion and vibrations.

**Keywords :** Austenitic stainless steel 316L, stress corrosion, stress, cracking, heat exchanger.

## Résumé

L'objectif de ce travail est de mettre en évidence le phénomène de la corrosion sous contrainte de l'acier inoxydable austénitique (AISI 316L), soumis à des contraintes mécaniques et identifier les causes de l'endommagement d'échangeur de chaleur.

Les résultats obtenus ont permis de comprendre le mécanisme de corrosion sous contrainte et les facteurs nécessaires pour avoir ce type de corrosion qui sont : une contrainte de traction et une valeur critique de cette dernière pour l'initiation des fissures. A travers notre étude, il s'est avéré que le phénomène dans les échangeurs de chaleur est plus complexe et fait intervenir la fatigue thermique, l'encrassement, la corrosion et les vibrations.

**Mots clés :** Acier inoxydable austénitique 316L, corrosion sous contrainte, contraintes, fissuration, échangeur de chaleur.

# *Remerciements*

Au nom de Dieu le tout puissant qui m'a donné la santé le courage, la volonté et la force pour achever ce travail à bout.

Je tiens à remercier vivement M<sup>r</sup> HEMMOUCHE et M<sup>r</sup> DJEGHLAL mes promoteurs pour leur aide précieuse, leur conseil, leur orientation, leur patience et leur sacrifice pour le bon accomplissement de ce travail.

J'exprime toute ma sympathie et ma gratitude à M<sup>r</sup> ABADLI qui m'a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire

Je remercie également tous les membres de jury M<sup>r</sup> KASSER et M<sup>me</sup> HAMED I d'avoir accepté les examinateurs de ce mémoire.

Je remercie mes enseignants qui m'ont donné cette formation de métallurgie durant les trois années passées ensemble.

Je ne peux oublier de remercier tous les gens qui m'ont aidé à la réalisation de ce projet.

## **Dédicaces**

*En guise de reconnaissance, je dédie ce travail :*

*À mes très chers parents, pour les encouragements, tendresse, amour et soutien durant mes études ; vous trouverez ici le fruit de vos sacrifices et je souhaite que j'ai réalisé l'un de vos rêves par ce modeste travail. Puisse dieu vous accorder longue vie pleine de santé et de bonheur.*

*À mes chers frères, pour leur amour et compréhension.*

*À toute la famille ainsi qu'à tous mes amis.*

# *Table des matières*

Liste des sigles et abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

<b>Introduction générale</b> .....	14
<b>Chapitre 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES</b> .....	15
1.1 Introduction .....	16
1.2 Propriétés et applications .....	16
1.2.1 Propriétés physiques .....	16
1.2.2 Propriétés mécaniques.....	16
1.2.3 Propriété électrique .....	17
1.2.4 Propriétés magnétiques .....	17
1.3 Composition et structure des aciers inoxydables.....	17
1.4 Les diagrammes de phases .....	17
1.4.1 Phases de référence .....	17
1.4.2 Diagramme Fe-Cr .....	18
1.4.3 Le système Fe-C-Cr.....	20
1.4.4 Le système Fe-Cr-Ni.....	20
1.5 Influence des éléments d'addition .....	22
1.5.1 Les éléments alphagènes .....	22
1.5.2 Les éléments gammagènes .....	23
1.6 Les notions de chrome et de nickel équivalents .....	23
1.6.1 Diagramme de Schaeffler.....	23
1.6.2 Diagramme de Pryce et Andrew.....	25
1.7 Classification des aciers inoxydables.....	26
1.8 La passivation des aciers inoxydables .....	26
1.8.1 Le film d'oxyde .....	26
1.8.2 Stabilité du film passif .....	26
1.8.3 Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables.....	26
1.9 Les aciers inoxydables austénitiques .....	27
1.9.1 Composition chimique et additions .....	27
Composition chimique de l'acier 316L .....	27
1.9.2 Propriétés des aciers inoxydables austénitiques .....	28

1.9.3	Classement des aciers inoxydables austénitiques .....	29
1.9.4	Les nuances des aciers inoxydables austénitiques .....	29
1.10	Qualités et domaines d'utilisation des aciers inoxydables austénitiques .....	30
1.10.1	Les aciers 304 et 304L .....	30
1.10.2	Inox 316 et 316L.....	30
1.11	Types de corrosion .....	30
1.12	CONCLUSION .....	30
<b>Chapitre 2</b>	<b>CORROSION SOUS CONTRAINTE.....</b>	<b>31</b>
2.1	Introduction .....	32
2.2	Corrosion des métaux.....	32
2.3	Classification de la corrosion .....	32
2.3.1	La corrosion sèche .....	32
2.3.2	La corrosion humide .....	32
2.4	Les différents modes de corrosion .....	32
2.4.1	La corrosion chimique : .....	33
2.4.2	La corrosion électrochimique : .....	33
2.4.3	La corrosion biochimique : .....	33
2.5	Morphologie de la corrosion .....	34
2.5.1	La corrosion uniforme ou généralisée.....	34
2.5.2	La corrosion localisée .....	35
2.6	Facteurs de corrosion .....	36
2.7	Étude thermodynamique et cinétique électrochimique .....	36
2.7.1	Équation de Butler-Volmer .....	36
2.7.2	Vitesse de corrosion.....	37
2.8	Les méthodes de protection des métaux contre la corrosion.....	38
2.9	La corrosion sous contrainte.....	39
2.9.1	Définition de la corrosion sous contrainte .....	40
2.10	Paramètres influençant la corrosion sous contrainte .....	41
2.10.1	Microstructure et composition chimique .....	41
2.10.2	Influence de l'environnement.....	42
2.11	Mécanisme de corrosion sous contrainte.....	44
2.11.1	Amorçage de la fissuration.....	44
2.11.2	Étape de propagation.....	46
2.12	Les méthodes d'étude de la corrosion sous contrainte.....	46
2.12.1	Les essais à déformation imposée.....	46



2.12.2	Les essais à vitesse de déformation imposée.....	47
2.13	Méthodes de préventions .....	47
<b>Chapitre 3</b>	<b>échangeur de chaleur</b> .....	<b>48</b>
3.1	Introduction .....	49
3.2	Définition : .....	49
3.3	Les Modes de fonctionnement des échangeurs : .....	49
3.4	Les types d'échangeurs : .....	51
3.4.1	Echangeurs à fluide séparés : .....	51
3.4.2	Echangeurs tubulaires : .....	51
3.4.3	Échangeurs à plaques : .....	51
3.5	Problèmes de Fonctionnement.....	52
3.6	L'encrassement.....	53
3.6.1	Les différents types d'encrassement [59] .....	53
3.7	Corrosion.....	55
3.7.1	Types de Corrosion.....	55
3.8	Vibrations .....	55
3.9	La fatigue thermique .....	56
3.10	Calcul thermique de l'échangeur .....	56
3.10.1	Equation fondamentale et méthode de calcul.....	57
3.11	Calcul de $\Delta T_{LM}$ (la différence de température logarithmique moyenne) .....	57
3.12	Calcul du coefficient d'échange global U .....	58
3.12.1	Calcul des coefficients de convection coté tubes et calandre.....	58
3.12.2	Le flux de chaleur échangé.....	60
3.12.3	Calcul de la surface d'échange .....	60
3.12.4	Calcul Perte de la charge de l'échangeur .....	61
3.12.5	Efficacité de l'échangeur.....	62
3.13	Conclusion .....	62
<b>Chapitre 4</b>	<b>Travail expérimental</b> .....	<b>63</b>
4.1	Introduction : .....	64
4.2	Echantillonnage : .....	64
4.3	État brut.....	64
4.4	Caractérisation microstructurale : .....	64
4.4.1	Le prélèvement de l'échantillon : .....	65
4.4.2	L'enrobage : .....	65
4.4.3	Le polissage : .....	65

4.4.4	L'attaque chimique : .....	66
4.5	Caractérisation microscopique .....	67
4.6	Caractérisation mécanique .....	68
4.6.1	Essai de traction.....	68
4.6.2	Essai de dureté.....	69
4.7	Caractérisation électrochimique : .....	70
4.8	Solutions de travail .....	72
4.9	Électrode de travail .....	73
4.10	Analyse électrochimique .....	74
4.10.1	Méthodes électrochimiques.....	74
4.11	Spectroscopie d'impédance électrochimique : .....	78
4.12	Utilisation de schémas électriques équivalents :.....	79
<b>Chapitre 5 : Résultats et discussions</b> .....		<b>81</b>
5.1	Introduction .....	82
5.2	Composition chimique : .....	82
5.3	Energie de défaut d'empilement :.....	82
5.4	La teneur en ferrite.....	82
5.5	Résultats de la métallographie à l'état brut : .....	85
5.5.1	Microstructure .....	85
5.6	Résultats de l'essai de traction.....	85
5.7	Résultats de Micro dureté.....	86
5.8	Résultats de l'étude électrochimique .....	87
5.9	La mesures d'impédances .....	89
<b>Conclusion générale</b> .....		<b>91</b>
<b>Bibliographie</b> .....		<b>92</b>

## LISTE DES SIGLES ET ABREVIATIONS

<b>NUT</b> : Nombre d'unité de transfert	
<b>Nu</b> : Nombre de Nusselt	
<b>Re</b> : Nombre de Reynolds	
<b>Pr</b> : Nombre de Prandtl	
<b><math>\Phi</math></b> : Le flux de chaleur	(W)
<b>S</b> : Surface isotherme	(m <sup>2</sup> )
<b><math>\Delta T</math></b> : Différence de température	(°K, °C)
<b><math>\Theta</math></b> : Température	(°K, °C)
<b>R</b> : Résistance thermique	(K.W <sup>-1</sup> )
<b>K</b> : coefficient global de transfert thermique	(W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )
<b><math>\lambda</math></b> : conductivité thermique	(W.m <sup>-1</sup> .k <sup>-1</sup> )
<b>e</b> : épaisseur des parois	(m)
<b>r</b> : rayon d'un cylindre	(m)
<b>h</b> : coefficient thermique de convection	(W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )
<b>Q</b> : Quantité de chaleur	(J)
<b><math>\Delta t</math></b> : temps	(s)
<b>l</b> : longueur des tubes	(m)
<b>efilm</b> : épaisseur du film	(m)
<b><math>\Theta_f</math></b> : Température au sein du fluide	(°K)
<b><math>\Theta_p</math></b> : Température de la paroi	(°K)
<b>hi</b> : Coefficient de convection intérieur	(W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )
<b>Di</b> : Diamètre intérieur	(m)
<b><math>\rho</math></b> : la masse volumique	(kg.m <sup>-3</sup> )
<b>Vm</b> : Vitesse moyenne du liquide	(m.s <sup>-1</sup> )
<b><math>\mu</math></b> : Viscosité dynamique	(Pas.s)
<b>Cp</b> : Capacité Calorifique	(J.Kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
<b>hc</b> : Coefficient de convection au fluide chaud	(W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )
<b>hf</b> : Coefficient de convection au fluide froid	(W.m <sup>-2</sup> .k <sup>-1</sup> )

<b>U</b> : Coefficient global de transfert thermique	$(W.m^{-2}.k^{-1})$
<b>A</b> : Surface d'échange	$(m^2)$
<b><math>\Delta T_{lm}</math></b> : différence de température logarithmique moyenne	$(^{\circ}K, ^{\circ}C)$
<b>F</b> : Facteur de correction	
<b>T1</b> : Température d'entrée coté calandre	$(^{\circ}k, ^{\circ}C)$
<b>T2</b> : Température de sortie coté calandre	$(^{\circ}k, ^{\circ}C)$
<b>t1</b> : Température d'entrée coté tube	$(^{\circ}k, ^{\circ}C)$
<b>t2</b> : température de sortie coté tube	$(^{\circ}k, ^{\circ}C)$
<b>Gt</b> : Vitesse massique	$(Kg.s^{-1}.m^{-2})$
<b>M</b> : débit massique	$(Kg.h^{-1})$
<b>At</b> : Section de passage	$(m^2)$
<b>Nt</b> : Nombre de Tube	
<b>VI</b> : Vitesse linéaire	$(m.s^{-1})$
<b>Deq</b> : Diamètre d'équilibre	$(m)$
<b>Rt</b> : Résistance thermique des tubes	$(m^2.^{\circ}K.W^{-1})$
<b>Rf</b> : Résistance due au fluide froid	$(m^2.^{\circ}K.W^{-1})$
<b>Ree</b> : Résistance d'encrassement extérieur	$(m^2.^{\circ}K.W^{-1})$
<b>Rei</b> : Résistance d'encrassement intérieur	$(m^2.^{\circ}K.W^{-1})$
<b>Rc</b> : résistance due au fluide chaud	$(m^2.^{\circ}K.W^{-1})$

## Liste Des Figures

Figure 1-1 : Variétés allotropiques du fer pur. ....	17
Figure 1-2 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Bain et Aborn [1]. ....	18
Figure 1-3 : Système Fe Cr [5]. ....	19
Figure 1-4 : Diagramme d'équilibre fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C, d'après Williams [1] .....	19
Figure 1-5 : Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr [4]. ....	20
Figure 1-6 : Diagramme Fe-Ni [6]. ....	20
Figure 1-7 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni. [1]. ....	21
Figure 1-8 : Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni. ....	21
Figure 1-9 : : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes. ....	22
Figure 1-10 : Diagramme de Schaeffler [14]. ....	24
Figure 1-11 : Limite de la phase austénitique dans des aciers riches en Mn, Cr, Mo et N [16]. ....	25
Figure 1-12 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables [3]. ....	25
Figure 2-1: Structure atomique et électrique de l'interface Métal-solution [28]. ....	33
Figure 2-2 : Corrosion uniforme [28]. ....	34
Figure 2-3 : Corrosion localisée [28]. ....	35
Figure 2-4 : Les différents types de la corrosion localisée [28]. ....	35
Figure 2-5 : Courbe intensité- potentiel théorique d'un système Red-Ox [28]. ....	37
Figure 2-6 : les moyens de protection contre la corrosion. ....	39
Figure 2-7 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte [42]. ....	40
Figure 2-8 : Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC [45]. ....	41
Figure 2-9 : Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome [41]. ....	42
Figure 2-10 : Effet de concentration en chlorure sur la susceptibilité de CSC d'un acier austénitique [24]. ....	43
Figure 2-11 : fissuration due à la corrosion sous tension d'une pipe en acier 316 dans un milieu chloruré [24]. ....	43
Figure 2-12 : Fissuration due à la corrosion sous contrainte d'une pipe en acier 304 dans l'acide polythionique [24]. ....	43
Figure 2-13 : Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte [45]. ....	45
Figure 2-14 : Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions H <sup>+</sup> [45]. ....	45
Figure 2-15 : Phase de propagation inter granulaire et trans granulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20% [45]. ....	46
Figure 2-16 : : Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC [52]. ....	47
Figure 3-1 : Circulation à courant parallèle. ....	50
Figure 3-2 : Circulation à contre-courant. ....	50
Figure 3-3 : Echangeur à faisceaux et calandre (multitubulaire) type 1 passe côté calandre, 4 passes côté tubes (1-4 à faisceau en U) ....	51
Figure 3-4 : Plan éclaté d'un échangeur plaque et joints. ....	52
Figure 3-5 : Echangeur à plaques et joints. ....	52
Figure 3-6 : Exemple d'un faisceau de tubes d'un échangeur encrassé [58]. ....	53
Figure 3-7 : La vitesse des vibrations induites le long d'un tube. ....	56
Figure 3-8 : Rupture par fatigue thermique dans un secteur en U. ....	56
Figure 3-9 : Section de passage coté calandre. ....	59

Figure 4-1: La polisseuse utilisée au niveau du laboratoire métallurgique.....	66
Figure 4-2 : microscope optique de type Leica. ....	68
Figure 4-3 : démentions de l'éprouvette de traction. ....	69
Figure 4-4 : Microduromètre. ....	70
Figure 4-5 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures électrochimiques.....	71
Figure 4-6 : .Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel. ....	75
Figure 4-7 : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel[20]. ....	76
Figure 4-8 : Technique de la mesure de la résistance de polarisation.....	77
Figure 4-9 : courbes d'impédance sur logiciel versastudio. ....	79
Figure 4-10 : courbe de nyquist. ....	79
Figure 4-11 : Différentes représentations de Spectroscopie d'impédance électrochimique. ....	80
Figure 5-1 :Positionnement l'aciers 316L dans un diagramme de Schaeffler.....	84
Figure 5-2 : Observation optique d'Ech01. ....	85
Figure 5-3 : Courbes contrainte - déformation de trois échantillon.....	86
Figure 5-4 : Courbes de polarisation de deux échantillons semi-logarithmique. ....	88
Figure 5-5 : courbe de nyquist. ....	89

## Liste des Tableaux

Tableau 1-1: la composition chimique du 316l [4].....	27
Tableau 1-2 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables 316 et 316L [6].....	28
Tableau 1-3 : Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L. ....	28
Tableau 1-4 : Classification des aciers inoxydables austénitiques [1].....	29
Tableau 2-1 : Les différents facteurs de corrosion [30]. ....	36
Tableau 4-1: composition chimique de l'acier étudié. ....	64
Tableau 4-2: Différentes attaques chimiques utilisées pour révélation des phases en observation au microscope optique [18].....	67
Tableau 5-1: Teneurs en éléments d'alliage (% massique) d'acier 316L .....	82
Tableau 5-2 : Energie de Défaut d'Empilement (EDE) à température ambiante (mJ.m <sup>-2</sup> ). ....	82
Tableau 5-3 Propriétés mécaniques de trois échantillons. ....	86
Tableau 5-4: résultats de la micro dureté de trois échantillons. ....	86
Tableau 5-5: les valeurs des caractéristiques électrochimiques trouvées des deux échantillons. ....	88

# *Introduction générale*

La famille des aciers inoxydables dispose d'atouts considérables par rapport aux aciers classiques, pour cette raison, ils ont été développés pour un large domaine d'industrie (industrie, nucléaire, Pétrolière, mécanique, hydraulique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine et chirurgie).

L'intérêt des aciers inoxydables austénitiques réside dans une bonne résistance à la corrosion et d'excellentes propriétés mécaniques.

L'échangeur de chaleur est un équipement omniprésent dans toutes les unités pétrochimiques, raffineries et autres installations industrielles. Il sert à refroidir le gaz brut pour récupérer les hydrocarbures liquides et chauffer le gaz de vente à une température convenable pour son transport. Cependant les aciers inoxydables austénitiques sont sujets à des corrosions localisées dont la corrosion sous contrainte. Ce type de corrosion peut affecter toutes les structures soumises à des contraintes telles que les réservoirs à pression ou bien les pipelines.

L'objectif de la présente étude est de mettre en évidence le phénomène de la corrosion sous contrainte de l'acier AISI 316L soumis à des contraintes mécaniques.

Ce travail présente deux grandes parties :

La première partie consiste en une :

1. Etude sur les aciers inoxydables austénitiques et leurs principales propriétés.
2. Généralités sur la corrosion.
3. Une étude du phénomène de la corrosion sous contrainte.
4. Généralités sur les échangeurs de chaleur

La deuxième partie concerne l'approche expérimentale de notre travail. Elle comporte aussi deux chapitres :

1. « procédures expérimentales » : dans ce chapitre, nous présenterons une description des modes opératoires de toutes les techniques expérimentales utilisées.
2. « Résultats et interprétations » : nous regrouperons tous les résultats obtenus ainsi que les interprétations.



---

*Chapitre 1 :*  
*GÉNÉRALITES SUR*  
*LES ACIERS*  
*INOXYDABLES*  
*AUSTÉNITIQUE*

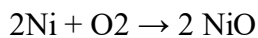
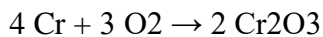
# 1 GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

## 1.1 Introduction

Les aciers ont en général, une mauvaise résistance à la corrosion. De nombreux essais ont été faits pour les protéger. Ils sont de deux types : ajout d'éléments d'alliages à l'acier lors de la fusion ou dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini.

Il a fallu trois millénaires après la découverte du fer pour apprendre à le rendre inaltérable, c'est la découverte des aciers inoxydables.

Ces aciers sont rendus résistants à la corrosion par la création naturelle d'une couche dite de passivation. Les matériaux les plus oxydables sont les plus corrodables, et les matériaux les plus corrodables sont les plus passivables. Ainsi le chrome, plus oxydable que le fer est l'additif majeur des aciers inoxydables. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation sur leur surface d'un film d'oxyde ultra-fin et inerte, riche en chrome qui est capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion. Le chrome et le nickel s'oxydent selon les réactions suivantes



Grace aux caractéristiques principales suivantes :

- Résistance mécanique notablement plus élevée que celle des matériaux traditionnels ;
- Excellente résistance à la corrosion dans un grand nombre de milieux ;
- Ø mise en œuvre plus aisée, en particulier grâce aux progrès réalisés dans le soudage ;
- Ø facilité d'entretien, qui compense le surcoût des investissements initiaux.

Ces aciers sont utilisés dans un nombreux domaines industriels (bâtiment, industrie chimique et agroalimentaire, médical, transport, production d'énergie, etc.).

## 1.2 Propriétés et applications

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. La principale propriété de ces aciers est leur excellente résistance à la corrosion, ce qui leur donne une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité des milieux. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent les caractéristiques mécaniques élevées à hautes comme à basses températures (résistance mécanique, ductilité, ténacité...).

En raison de leur résistance à la corrosion et de leurs finis de surface de tout premier rang, les aciers inoxydables jouent un rôle prépondérant dans l'industrie aéronautique, chimique, pharmaceutique et agro-alimentaire, les cuisines professionnelles, l'architecture et même la bijouterie.

### 1.2.1 Propriétés physiques

Ces aciers possèdent :

- Une masse volumique de l'ordre de 7 850 Kg/m<sup>3</sup>.
- Une capacité thermique de 0.5J/g.°C pour T = 0°C à 100°C
- Une conductivité thermique de 16.2W/m.K à 100°C
- Une conductivité thermique de 21.4W/m.K à 500°C

### 1.2.2 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables présentent les propriétés mécaniques suivantes :

## CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

- La dureté, Rockwell B est de l'ordre de : 79HRB ;
- La résistance à la traction est de l'ordre de : 558MPa ;
- L'allongement à la rupture est de l'ordre de : 50% ;
- Le module de Young est de l'ordre de : 2105MPa

### 1.2.3 Propriété électrique

La résistivité électrique des aciers inoxydables est :  $7.4 \cdot 10^{-5}$  ohm.cm.

### 1.2.4 Propriétés magnétiques

Les aciers inoxydables ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques, suite à la présence de la ferrite et de la martensite. En revanche, les aciers inoxydables austénitiques présentent, à température ambiante, une structure austénitique qui leur permet d'être paramagnétiques (amagnétiques) [2]. Certains aciers inoxydables austénitiques peuvent devenir légèrement ferromagnétiques après une déformation importante (frappe à froid, emboutissage). En effet, la déformation provoque une modification partielle de la structure austénitique en structure martensitique (formation de martensite d'écrouissage) et devenir ainsi un peu magnétique.

## 1.3 Composition et structure des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Comme les autres aciers, ce sont des alliages métalliques à base de fer (alliage : fer-carbone) à teneur en carbone variant de 0,02 à 1% (pour éviter la précipitation de carbures aux joints de grains) et qui doivent contenir au moins 10,5% de chrome et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage soit de type interstitiel comme le carbone ou l'azote, soit en substitution tels que le nickel, le molybdène, le titane... etc. [3]

## 1.4 Les diagrammes de phases

Les aciers sont composés de plusieurs éléments dont chacun joue un rôle sur leurs structures et leurs propriétés. Etant donné le nombre important d'éléments qui interviennent dans la composition des aciers, il n'est pas possible d'établir des diagrammes de phases. Toutefois, il est utile de connaître les diagrammes de phases binaires entre le fer et les autres éléments.

### 1.4.1 Phases de référence

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est nécessaire de rappeler les variétés allotropiques du fer pur [1], schématisées sur la Figure 1.1. Il possède trois variétés de structure cristalline entre 0°C et la température de fusion. Entre l'ambiante et 910°C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer  $\alpha$ . A partir de 910 °C, il se transforme en fer  $\gamma$  dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C jusqu'à 1538°C pour donner le fer  $\delta$  dont la structure est cubique centrée.

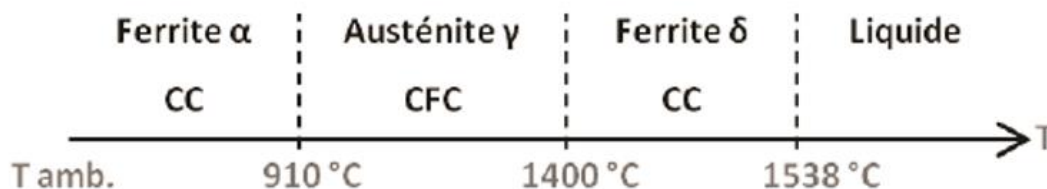


Figure 1-1 : Variétés allotropiques du fer pur.

### 1.4.2 Diagramme Fe-Cr

Les éléments d’alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d’équilibre Fer-carbone. Certains éléments, comme le chrome, tendent à favoriser la cristallisation en phase  $\alpha$ , ils sont dits « alpha gènes ». Comme le montre le diagramme fer - chrome (figure I.2)

Sur lequel le domaine  $\alpha$  est très étendu. Le domaine  $\gamma$  est donc réduit à une zone fermée appelée « boucle  $\gamma$  ».

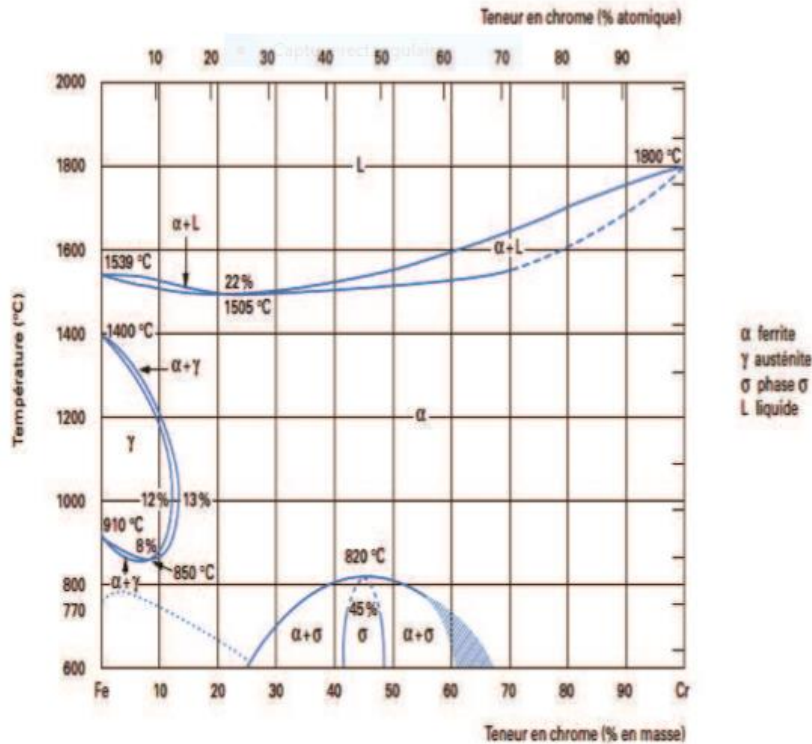


Figure 1-2 : Diagramme d’équilibre des alliages binaires fer-chrome, d’après Bain et Aborn [1].

On peut délimiter deux régions de la teneur en chrome :

- %Cr <13 : ces alliages ont la possibilité d’être austénitisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  par refroidissement lent ou rapide.
- %Cr >13 : ces alliages toujours ferritiques, ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique.

Pour des températures en dessous de 820°C, et pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d’apparition d’une phase intermédiaire dite phase  $\delta$  fragilisante [1].

# CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure 1.3). Il s'agit d'une démixtion vers 475 °C de la phase  $\alpha$  (une solution solide de substitution) en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase  $\alpha'$  qui se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice  $\alpha$ . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [1].

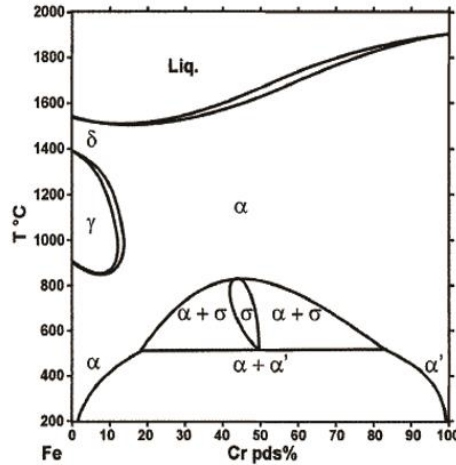


Figure 1-3 : Système Fe Cr [5].

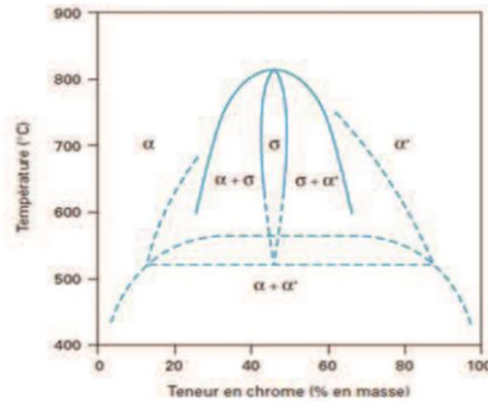


Figure 1-4 : Diagramme d'équilibre fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C, d'après Williams [1]

### 1.4.3 Le système Fe-C-Cr

Le carbone agit par son caractère nettement gammagène, et rentre ainsi avec le chrome, élément pseudo-binaire des ternaires Fe-C-Cr (figure 1.8). Il a également une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température [4].

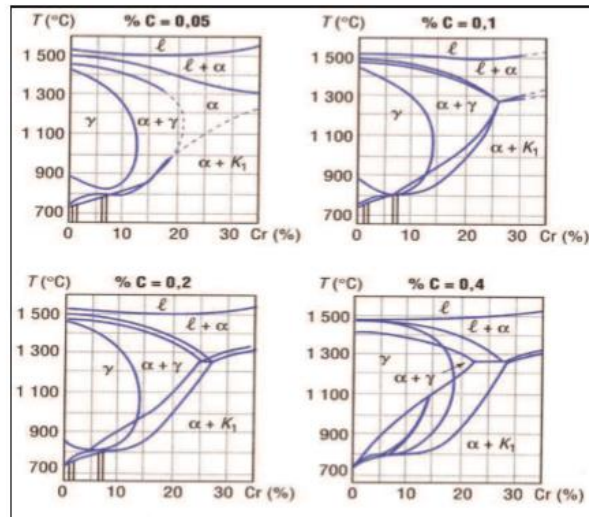


Figure 1-5 : Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr [4].

### 1.4.4 Le système Fe-Cr-Ni

#### 1.4.4.1 Diagramme Fe-Ni

Le diagramme Fe-Ni (Figure 1.6) montre que le domaine d'existence de la phase  $\gamma$  augmente avec la teneur en nickel. Le nickel est donc un élément gammagène de structure cubique à faces centrées, il favorise la phase austénitique pour des raisons d'isomorphisme.

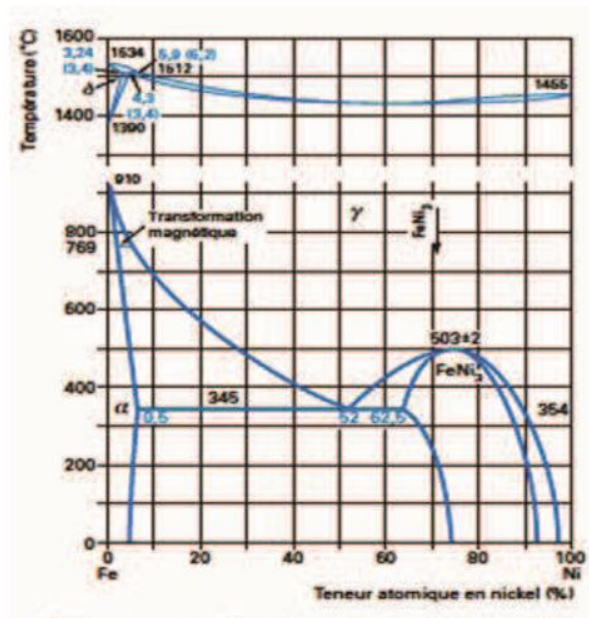


Figure 1-6 : Diagramme Fe-Ni [6].

# CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

## 1.4.4.2 Diagramme Fe-Cr-Ni :

L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle  $\gamma$  des alliages fer-chrome. La phase  $\gamma$  du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température et participe à des équilibres bi et triphasés. La figure 1.7 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre clairement le déplacement de la boucle  $\gamma$  vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [1].

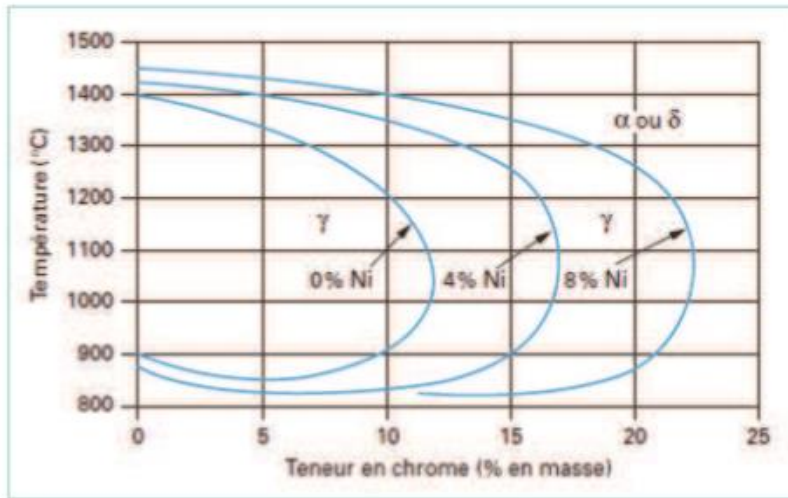


Figure 1-7 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni. [1].

## 1.4.4.3 Section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni

La figure 1-8 qui représente une section isotherme à 1000°C du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni, montre que l'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique (point a) fait apparaître une certaine proportion de la ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique (point c).

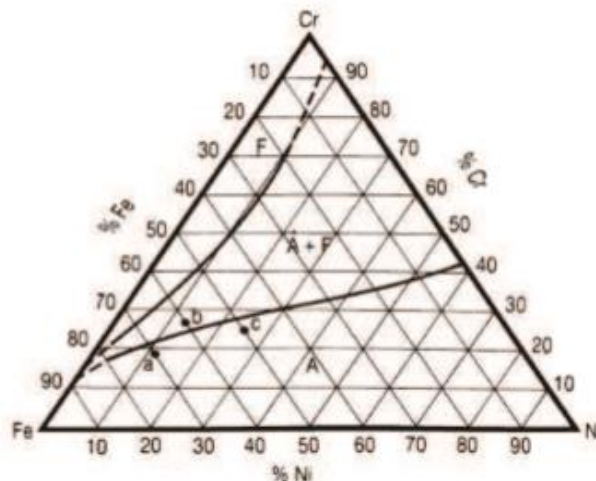


Figure 1-8 : Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.



## 1.5 Influence des éléments d'addition

Les éléments additionnels sont divisés en deux familles : les éléments alphagènes (silicium, aluminium, chrome, molybdène, tungstène, titane, niobium) et les éléments gammagènes (nickel, manganèse, azote, carbone, cuivre, cobalt). Certains éléments ont des effets plus importants que d'autres, notamment l'azote et le carbone dont l'effet gammagène est environ trente fois plus puissant que celui du nickel.

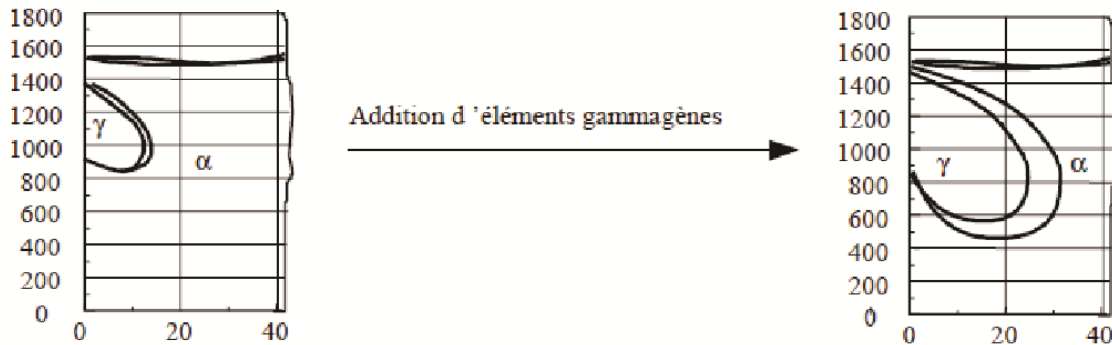


Figure 1-9 : : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes.

### 1.5.1 Les éléments alphagènes

#### - Le chrome (Cr) :

Élément de base de tous les aciers inoxydables qui offre la résistance à la corrosion par la formation d'un film passif en se combinant avec l'oxygène et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud. Lorsqu'il est associé avec le molybdène et le nickel, il confère de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 500°C.

#### - Le molybdène (Mo) :

C'est un élément alphagène qui, ajouté à raison de quelques pourcents, améliore la qualité du film passif, en particulier en milieux chlorurés et acides, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

Le molybdène augmente la résistance au fluage des aciers au chrome. Il diminue la fragilité au revenu. Il améliore sensiblement la résistance à la corrosion inter cristalline et par piqure. Il confère une plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation pour des maintiens entre 1000 et 1100°C. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud. M. K. AHN et al [4]

#### - Le silicium (Si) :

C'est un élément également alphagène, il augmente la résistance à la corrosion et améliore les propriétés d'emploi à haute température ce qui lui confère une bonne résistance à l'oxydation à chaud dans le cas de l'acide nitrique mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

#### - Le vanadium (V) :

Il est un fort stabilisateur de ferrite. Avec la présence du nickel, il augmente la résistance mécanique [6].

#### - Le titane (Ti) :

Doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des travaux de soudure.



### - **Le niobium (Nb) :**

C'est un élément alphasène, il se combine avec le carbone dans les aciers inoxydables et forme les carbures pour s'opposer à la corrosion inter granulaire.

### **1.5.2 Les éléments gammagènes**

### - **Le nickel (Ni) :**

Au-delà de 6 % à 8 %, sa présence se traduit par un effet gammagène et l'acier devient austénitique à toutes températures [7]. Il élargit ainsi le domaine d'existence de l'austénite. Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique, améliore la résistance à la corrosion, en particulier la résistance à la corrosion sous tension, il affine le grain et améliore la ductilité. Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité, la résistance au choc et la ténacité des calamines.

### - **Le manganèse (Mn) :**

Bien que classé comme élément gammagène, a un rôle alphasène pour des teneurs supérieures à 7%, rend ainsi difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors des sollicitations mécaniques aux basses températures.

### - **Le carbone (C) :**

Il stabilise la structure austénitique introduit pour accroître les propriétés mécaniques de l'acier (dureté, charge à la rupture, fluage...), particulièrement sous l'effet des traitements thermiques, le carbone joue cependant un rôle néfaste vis-à-vis de la résistance à la corrosion (précipitation de carbures de chrome lorsque la teneur en carbone dépasse 0,030 % conduisant à la corrosion inter granulaire) [7]. Ceci a encouragé le développement de nuances d'aciers inoxydables à très faible teneur en carbone (inférieur à 0,03%) [7].

### - **L'azote (N)**

Stabilisateur d'austénite, associé à une basse teneur de carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion inter granulaire. Il a une influence bénéfique sur la résistance à la corrosion par piqûres et la résistance à la corrosion par crevasse par précipitation du nitrure de chrome  $Cr_2N$  moins riche en chrome que  $Cr_{23}C_6$  provoquant un moindre appauvrissement en chrome au voisinage des joints de grains [8,9, 10]. L'azote augmente aussi la résistance à la traction et diminue la ductilité des aciers inoxydables austénitiques [11].

### - **Le soufre (S) :**

À des teneurs de l'ordre de 0,2 %, il améliore considérablement l'usinabilité [12] (tournage, fraisage, perçage, etc.) mais cela se fait au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres.

### - **Le cuivre (Cu) :**

Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid, le cuivre aide aussi à la lutte contre la corrosion bactérienne [13]. En outre le cuivre améliore l'usinabilité des aciers inoxydables austénitiques [12].

## **1.6 Les notions de chrome et de nickel équivalents**

### **1.6.1 Diagramme de Schaeffler**

L'idée de distinguer entre éléments  $\alpha$  gènes ou  $\gamma$  gènes a conduit Schaeffler en 1949 [14] à proposer un diagramme pour prédire la structure de l'acier en fonction du pourcentage en chrome (Cr) et nickel (Ni) équivalent (figure I.10). Ces équivalents sont déterminés par des formules (équations I.1 et I.2) en

## CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

fonction des différents éléments d'alliage. Chaque élément est affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir  $\alpha$  gène ou  $\gamma$  gène. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel auxquels sont attribués arbitrairement le coefficient 1.

$$\text{Cr eq (\% massique)} = \% \text{Cr} + 1,5\% \text{Mo} + 0,48 \% \text{Si} + 2,3 \% \text{V} + 1,75 \% \text{Nb} + 2,5 \% \text{Al} \quad (\text{I.1})$$

$$\text{Ni eq (\% massique)} = \% \text{Ni} + \% \text{Co} + 0,1 \% \text{Mn} - 0,01 \% \text{Mn}^2 + 18\% \text{N} + 3 \quad (\text{I.2})$$

Ces équivalents permettent de déterminer à la température ambiante la structure d'un acier inoxydable à l'aide de diagramme de Schaeffler, qui détermine les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite.

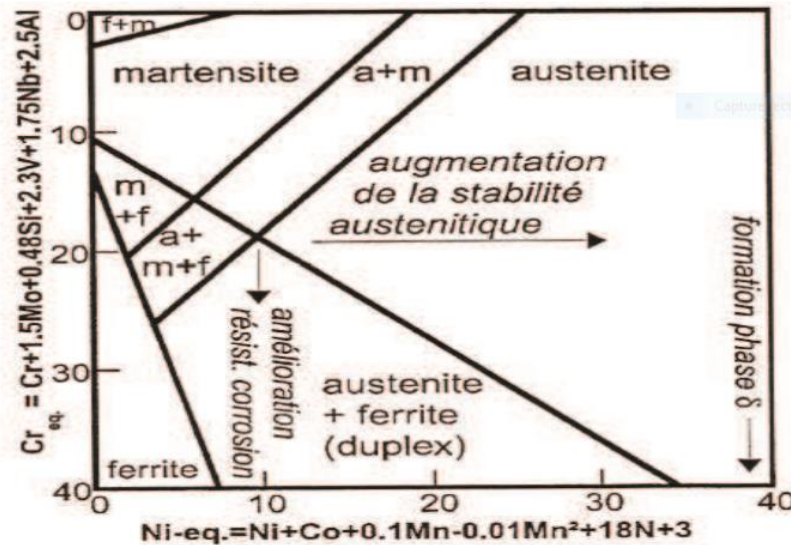


Figure 1-10 : Diagramme de Schaeffler [14].

Dans ce diagramme, en ordonnée, on porte l'équivalent chrome représentatif des éléments alphagène, et en abscisse l'équivalent nickel, représentatif des éléments gammagènes. La position du point représentatif ainsi défini permet de prévoir la structure du métal déposé et sa teneur.

Le diagramme de Schaeffler, montre que pour un équivalent en nickel nettement supérieur à l'équivalent en chrome, l'alliage sera donc 100% austénitique et inversement, un équivalent en chrome prépondérant déterminera une structure 100% ferritiques.

L'inconvénient majeur de ce diagramme est de ne pas tenir compte de tous les éléments d'addition, en particulier l'azote.

D'autres diagrammes permettent de prédire de façon plus précise et pour une plus large gamme de nuances la teneur finale en ferrite.

D'ailleurs Spiedel et al [15] ont conclu expérimentalement que ce diagramme n'est pas valable pour des alliages riches en Cr, Mn, Mo et Ni à cause de l'effet  $\alpha$ -gène du manganèse à hautes teneurs en chrome et manganèse. La figure (1.11) résume les observations effectuées concernant la limite de la phase austénitique [16] :

Le manganèse est un élément  $\alpha$ -gène qui stabilise la ferrite, mais en même temps, il favorise la solubilité de l'azote qui augmente le Ni équivalent. Ainsi, l'utilisation combinée du manganèse et/ou du nickel avec des fortes teneurs en azote semble la plus indiquée pour stabiliser la phase austénitique.

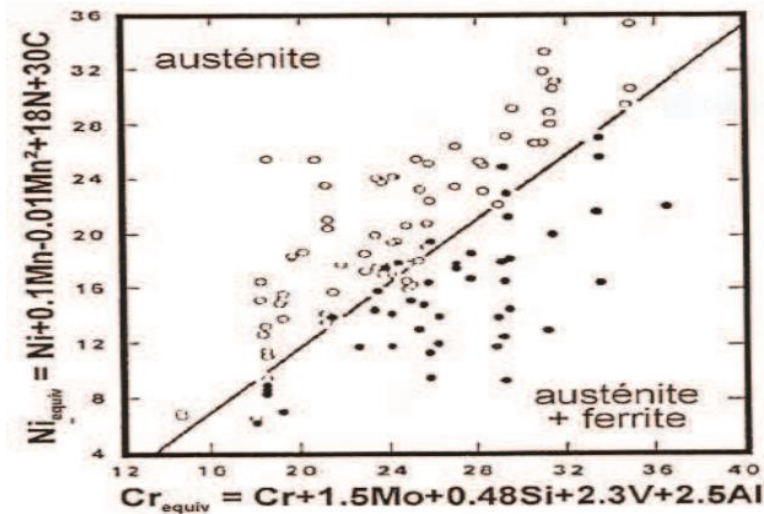


Figure 1-11 : Limite de la phase austénitique dans des aciers riches en Mn, Cr, Mo et N [16].

### 1.6.2 Diagramme de Pryce et Andrew

Pour les produits laminés, le modèle de Pryce et Andrew propose un diagramme pour prédire la structure de l'acier en fonction de sa composition chimique [3].

Chrome équivalent :

$$(Cr_{\text{éq}} = (\%Cr) + 3(\%Si) + (\%Mo))$$

Nickel équivalent :

$$(Ni_{\text{éq}} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 21(\%C) + 11,5(\%N))$$

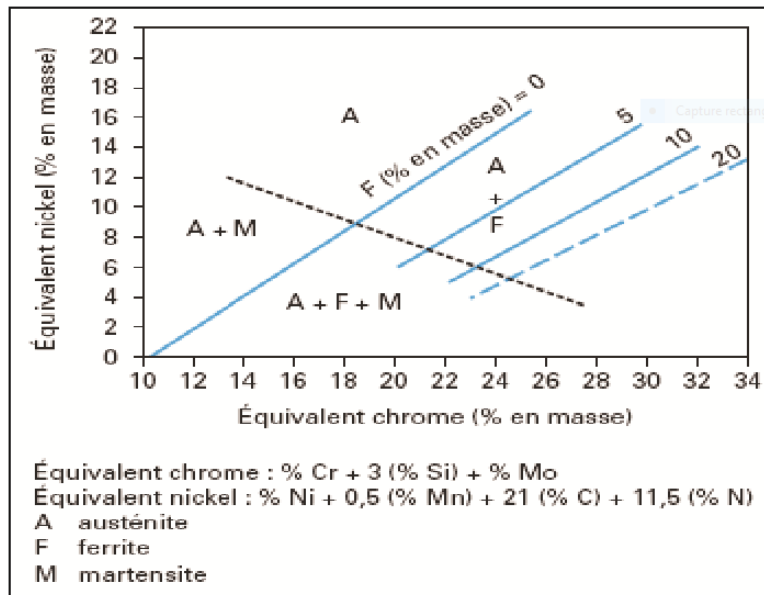


Figure 1-12 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables [3].

### 1.7 Classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables constituent une grande famille d'alliages métalliques. Suivant leur teneur en chrome et les traitements thermiques qu'ils ont subis, ils présentent une large gamme de propriétés.

Il existe quatre classes d'aciers inoxydables (de structures cristallographiques différentes), dont l'emploi dépend des propriétés recherchées, ils sont obtenus à partir des différentes zones de ces diagrammes :

- Les aciers ferritiques sont obtenus par refroidissement ;
- Les aciers austénitiques sont obtenus par trempe à partir d'une composition située dans la boucle  $\gamma$ , la phase austénitique résultante étant thermodynamiquement métastable ;
- Les aciers martensitiques sont obtenus de la même manière que les aciers austénitiques, à la différence que dans ce cas l'austénite obtenue est très instable à cause de la présence du carbone et se transforme en martensite ;
- Les aciers austéno-ferritiques sont obtenus à partir d'une composition située sur la limite de la boucle( $\gamma$ ).

### 1.8 La passivation des aciers inoxydables

A l'exception des métaux nobles comme l'or, la surface des métaux est toujours oxydée. Si cette couche de corrosion est soluble dans le milieu aqueux environnant, le processus se propage progressivement jusqu'au cœur du matériau par un mécanisme de formation/dissolution de la couche d'oxydes. Au contraire, si la couche de corrosion est peu soluble et reste en surface sous forme solide, elle ralentit, voire inhibe, le phénomène de corrosion. Cette couche de corrosion est appelée « film passif » car l'alliage n'est plus réactif vis-à-vis du milieu extérieur.

#### 1.8.1 Le film d'oxyde

Les aciers inoxydables se recouvrent d'un film d'oxyde protecteur, très mince à la surface de l'alliage métallique leur conférant une bonne résistance à la corrosion. Cette couche passive mesure 1 à 3 nanomètres d'épaisseur [22], elle se forme et se renouvelle seul en présence d'oxygène ou d'eau. Elle se compose d'un mélange d'oxyde de fer, oxyde de chrome et, si le molybdène est présent dans l'acier en bloc, on aura la présence d'un oxyde de molybdène [23].

#### 1.8.2 Stabilité du film passif

La couche passive est stable, mais dans certaines conditions seulement. Cependant, la stabilité et les propriétés protectrices des films d'oxydes relèvent plutôt de facteurs structuraux et cinétiques. Les éléments d'alliage comme le chrome améliorent la stabilité de ces films.

Quand un choc a lieu dans un milieu particulièrement agressif, l'acier inoxydable perd localement sa passivité, et dans ce cas, devient susceptible de se corroder.

#### 1.8.3 Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables

Pour déterminer la plus ou moins grande résistance à la corrosion des aciers inoxydables, il faut connaître les caractéristiques physico-chimiques de ces couches d'oxydes. Les films passifs assurent la résistance à la corrosion par l'établissement d'une couche d'oxyde ou hydroxyde riche en chrome, qui constitue une barrière de diffusion qui réduit ainsi fortement la conductivité ionique. Le film passif, très adhérent au substrat métallique, empêche ou limite le contact entre l'alliage et les agents agressifs présents dans l'environnement et donc les phénomènes de corrosion.

## 1.9 Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni représentent 80% du marché mondial des aciers inoxydables. Ceci est dû au fait que leur structure cristallographique de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles sur un très large domaine de température.

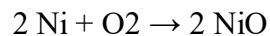
Ces aciers ont deux caractéristiques métallurgiques principales : ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gammagènes, comme le nickel, pour leur conférer leur structure cubique à faces centrées.

### 1.9.1 Composition chimique et additions

Le chrome doit être supérieur à 16% pour assurer l'inoxidabilité et le nickel doit être supérieur à 8% pour obtenir la structure austénitique. Selon leur teneur en carbone, ces aciers peuvent être classés en trois catégories [10] :

- $C \leq 0,030 \%$  : aciers dits à bas carbone ;
- $0,03 \% < C \leq 0,08 \%$  : aciers dits à carbone moyen ;
- $C \geq 0,08 \%$  : aciers dits à carbone élevé.

La présence de nickel dans ce type d'acier améliore les propriétés mécaniques du matériau, notamment sa ductilité (aptitude à la déformation), ainsi que la résistance à la corrosion, en participant à la formation de la couche passive d'oxyde de nickel [24], ce dernier s'oxyde par la réaction suivante :



D'autres éléments (molybdène, manganèse, silicium, titane, niobium, tungstène, vanadium) sont ajoutés dans le but d'améliorer les propriétés de l'acier austénitique, notamment leur résistance à la corrosion et leur stabilité à température élevée.

Ces aciers sont amagnétiques et sont formables et soudables. Le procédé d'écrouissage permet d'augmenter leur résistance mécanique, bien que cela rend parfois le métal légèrement magnétique et peut éventuellement réduire la résistance à la corrosion.

### Composition chimique de l'acier 316L

Tableau 1-1: la composition chimique du 316l [4].

Elément	Fe	C	Cr	Ni	Mn	N	P	Si	S
Composition chimique (%massique)	60-65	Max0.03	17-19	12 -14	Max 2	Max 0.1	Max0.025	Max 0.75	Max 0.01

Les éléments d'alliage influent sur la microstructure et la surface du métal. La fonction principale du chrome est de permettre le développement d'un acier résistant à la corrosion en formant un oxyde extérieur fortement adhérent ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). Cependant, le souci est que le chrome tend à stabiliser la phase de ferrite (cubique centré CC), le molybdène et le silicium sont également des stabilisateurs de ferrite. Pour se débarrasser de cette tendance à former la ferrite, du nickel est ajoutée pour stabiliser la phase austénitique.

## 1.9.2 Propriétés des aciers inoxydables austénitiques

La structure de ces aciers est une austénite  $\gamma$  avec présence éventuelle d'une phase ferritique  $\delta$  (delta) résiduelle. L'austénite métastable peut se transformer en martensite par déformation plastique et/ou refroidissement à basse température. La stabilité de l'austénite peut être augmentée par addition d'éléments gammagènes : carbone, nickel, manganèse, azote, cuivre...

Les aciers austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion en général. Ils ne présentent pas de durcissement après traitement thermique ; leurs caractéristiques mécaniques peuvent être augmentées par addition d'azote ou par déformation à froid. Ces aciers sont en général livrés à l'état hypertrempe : ils ont subi un réchauffage à environ 1050°C (mise en solution des carbures de chrome) puis un refroidissement rapide à l'air ou à l'eau (pour empêcher la précipitation des carbures de chrome) [25].

Ils sont caractérisés par une bonne soudabilité associée à une bonne résilience à basse température, et une bonne sécurité vis-à-vis du risque de rupture fragile, ce qui justifie leur emploi dans le domaine des équipements sous pression.

En principe, voici les principales propriétés des aciers inoxydables austénitiques :

- Ductilité et résilience importantes, y compris à basse température,
- Acier facilement écrouissable sans fragilité,
- Léger fluage à température ambiante,
- Bonne résistance mécanique à chaud,
- Bonne soudabilité,
- Faible conductivité thermique,
- Coefficient de dilatation élevé.

Ces propriétés sont montrées dans les (Tableau 1.2) et (Tableau 1.3). Pour ce qui est des nuances 316 et 316L.

Tableau 1-2 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables 316 et 316L [6].

Propriétés	Valeur
Densité	7.9
Résistivité électrique	74 $\mu\Omega$ .cm
Conductivité thermique	14.6 W.m <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup>

Tableau 1-3 : Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L.

Propriété	Valeurs
Module d'Young	190-200 GPa
Coefficient de poisson	0.3
Limite élastique	217 MPa
Résistance à la traction	520-645 MPa
Allongement à la rupture	40-68 %
Coefficient de dilatation thermique moyen de 20 à 1000°C	16,5-19,5.10 <sup>6</sup> /°C
Dureté	95HRB ou 136HV

# CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

## 1.9.3 Classement des aciers inoxydables austénitiques

Selon la teneur en carbone et les éléments d'addition, les aciers austénitiques se classent de la façon suivante :

**Aciers austénitiques sans molybdène** : ces nuances sont très utilisées car elles assurent un bon compromis coût - résistance à la corrosion,

**Aciers austénitiques au molybdène** : le molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûres (en présence de chlorures),

**Aciers austénitiques à très bas carbone** : une teneur en carbone inférieure à 0,03% permet d'éviter la corrosion inter granulaire car le carbone reste en solution solide et ne se combine pas avec le chrome pour former des carbures de chrome,

**Aciers austénitiques stabilisés** : l'addition de titane et/ou niobium empêche la précipitation des carbures de chrome consécutive à une opération de traitement thermique et/ou à des procédés de soudage. Ces aciers présentent en outre de bonnes caractéristiques mécaniques jusqu'à 600°C,

**Aciers super austénitiques** : des teneurs enrichies en nickel et azote procurent une structure entièrement austénitique à ces aciers initialement enrichis en chrome et molybdène, ce qui leur confère une excellente résistance à la corrosion dans un environnement agressif.

## 1.9.4 Les nuances des aciers inoxydables austénitiques

Une vaste gamme de propriétés spécifiques peut être obtenue par une faible variation de composition chimique. L'augmentation de la teneur en Cr par exemple, conduit à améliorer la résistance à l'oxydation et l'augmentation de la concentration d'azote renforce le durcissement de la matrice austénitique [1]. Le tableau I.1 donne la composition chimique de quelques aciers inoxydables austénitiques.

Les aciers austénitiques présentent une résistance élevée à la corrosion à chaud ou à froid dans les milieux agressifs. Cette résistance est due à la présence de chrome (supérieure à 15%) qui protège, par passivation la surface de l'alliage.

La résistance à la corrosion atmosphérique est alors multipliée par cent par rapport aux aciers courants.

Tableau I-4 : Classification des aciers inoxydables

	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	Ti	Nb	S	P
	max	max	min-max	min-max	min-max	max	max	max	min-max	min-max	max	max
304	0.080		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L	0.030		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L(N)	0.035	0.080	18.5-20	9-10		2	1	1			0.030	0.040
316	0.080		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L	0.030		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L(N)	0.035	0.080	17-18.2	11.5-12.5	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
347	0.080		17-20	9-13		2	1	1		8%C-1.00	0.030	0.040
321	0.100		17-20	9-13		2	1	1	5%C-0.75		0.030	0.040

## CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITES SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES

---

- **Acier inoxydable 304** => Il s'agit de l'acier inoxydable austénitique de base. Particulièrement facile à souder, il présente en outre une bonne résistance à la corrosion à température ambiante. Si ce type d'acier est conservé pendant un certain temps dans l'intervalle critique de température entre 450° et 850°C, il risque la précipitation inter cristalline de carbure de chrome et donc la corrosion inter granulaire.
- **Acier inoxydable 304L** => Il s'agit là d'une variante du 304 contenant moins de 0.03% de C, qui garantit une très basse formation de carbure de chrome s'il est maintenu longtemps dans l'intervalle critique de température et qui, comporte un très faible risque de corrosion inter granulaire.
- **Acier inoxydable 316** => Il contient une adjonction de 2-3% de molybdène qui le rend particulièrement résistant aux agents chimiques ayant une action réductrice. Dans l'intervalle critique de température, il présente lui aussi le risque de précipitation de carbure de chrome.
- **Acier inoxydable 316L** => Grâce à un contenu de carbone inférieur à 0.03%, la formation de carbure de chrome est très faible et il présente une bonne résistance à la corrosion inter cristalline.

### 1.10 Qualités et domaines d'utilisation des aciers inoxydables austénitiques

#### 1.10.1 Les aciers 304 et 304L

Alliages sans ajouts en molybdène, ils offrent une bonne résistance à la corrosion ambiante et inter granulaire. D'une bonne soudabilité, il convient de les utiliser dans l'industrie alimentaire (équipement cuisine, restaurant, couverts) et dans les milieux peu agressifs de type chaudronnerie et tuyauterie.

#### 1.10.2 Inox 316 et 316L

Ces alliages possèdent une basse tenue en carbone et un faible ajout de molybdène, qui leur confère une très bonne résistance à la corrosion par piqûres, et les rend aptes à être travaillés à chaud. Il convient de les utiliser dans les milieux très agressifs notamment les milieux chlorurés et marins.

### 1.11 Types de corrosion

Les aciers inoxydables austénitiques sont sensibles à une corrosion superficielle. La plus fréquente est l'apparition de la rouille, conséquence soit de la présence de poussière métallique extérieure, soit de simples rayures ou des frottements contre des pièces de nature différentes.

En plus de la rouille, il existe trois autres corrosions de nature électrochimique : la corrosion inter granulaire, la corrosion par piqûre et la corrosion sous contrainte.

### 1.12 Conclusion

Certains procédés obligent à utiliser un acier plus résistant (et aussi plus coûteux) que l'acier au carbone. Les aciers dits "inoxydables", sont insensibles à la corrosion atmosphérique. Si le procédé lui-même ne risque pas de provoquer une perte d'épaisseur de métal, il est raisonnable de ne pas prévoir de surépaisseur de corrosion.

Les aciers inoxydables sont des matériaux utilisables pour de nombreuses applications dans différents domaines dans lesquels la résistance à la corrosion est importante dans des environnements différents.



---

*Chapitre 2 :*  
*CORROSION SOUS*  
*CONTRAINTE*

## **2 CORROSION SOUS CONTRAINTE**

### **2.1 Introduction**

La plupart des matériaux ont une interaction plus au moins prononcée avec un grand nombre de milieu ambiants. Cette interaction altère souvent l'utilité du matériau en raison de la détérioration de ses propriétés mécaniques (telles que la ductilité et la résistance) ou autres, ou encore de son apparence. Il arrive parfois, au grand dépit de l'ingénieur concepteur, que la résistance à la dégradation d'un matériau ne soit pas prise en compte en vue d'une application donnée et que cela entraîne des conséquences fâcheuses.

Les mécanismes de détérioration ne sont pas les même pour les trois types de matériaux. Dans les métaux, il se produit une perte effective de matière soit par dissolution (corrosion), soit par formation d'une pellicule ou d'une croûte non métallique (oxydation) [27].

### **2.2 Corrosion des métaux**

La corrosion désigne l'attaque destructrice et involontaire que subit un métal. De nature électrochimique, elle s'amorce généralement à la surface du métal. La corrosion métallique constitue un problème de taille : on estime que les pays industrialisés consacrent en environ 5% de leurs revenus à la prévention de la corrosion et à l'entretien ou au remplacement de produit endommagés ou détruits par des réactions de corrosion.

Les processus de corrosion sont parfois mis avantagèrent à la contribution. Ainsi, les procédés de gravure reposent sur la réactivité chimique sélective des joints de grains ou de divers composants microstructuraux. De même, le courant électrique produit dans les batteries des piles sèches découle de processus de corrosion [27].

### **2.3 Classification de la corrosion**

La corrosion se développe selon deux processus :

- ❖ La corrosion sèche.
- ❖ La corrosion humide.

#### **2.3.1 La corrosion sèche**

La dégradation des matériaux existe lorsque ceux-ci sont en contact avec des gaz à des températures où toute trace d'humidité a disparu. Ce phénomène joue un rôle très important dans les appareils qui fonctionnent à haute température.

#### **2.3.2 La corrosion humide**

C'est la plus répandue, elle se manifeste dans le couple métal / fluide, exemple la dégradation du matériau organique et du béton [28].

### **2.4 Les différents modes de corrosion**

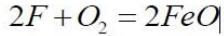
Il existe plusieurs modes d'agressivité parmi lesquels on distingue :

- ❖ La corrosion chimique.
- ❖ La corrosion électrochimique.
- ❖ La corrosion biochimique (la bio corrosion).
- ❖ La corrosion en présence d'une sollicitation mécanique.

### 2.4.1 La corrosion chimique :

Elle se manifeste par une attaque directe du métal lorsqu'il est en contact avec des solutions non électrolytiques ou avec des gaz secs. Au cours de cette corrosion l'oxydation du métal et la réduction de l'oxydant se produisent en un seul acte.

L'action de l'oxygène reste l'exemple typique de la corrosion chimique. Exemple :



### 2.4.2 La corrosion électrochimique :

Elle résulte des hétérogénéités de la structure métallique ou du milieu agressif. Elle se traduit par un transfert électrochimique entre un métal et une solution aqueuse à son contact (Figure 1.1).

Ainsi, la corrosion électrochimique implique la réunion des conditions suivantes :

- Existence d'une dissymétrie physique ou chimique dans le système métal/solution.
- Présence d'un milieu conducteur.
- Circulation d'un courant électrique.

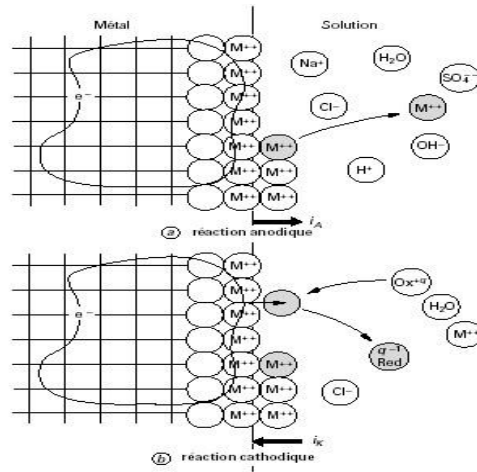


Figure 2-1: Structure atomique et électrique de l'interface Métal-solution [28].

### 2.4.3 La corrosion biochimique :

La corrosion biochimique peut être définie comme un phénomène dans lequel les bactéries jouent un rôle primordial, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant un terrain favorable à son établissement.

En effet, on peut considérer que les bactéries ne jouent qu'un rôle d'accélérateur de la corrosion électrochimique en empêchant la polarisation de se produire par :

- Fixation de l'hydrogène cathodique (bactéries sulfato-réductrices).
- Transformation de sels ferreux en hydroxyde ferrique (ferro-bactéries).

### 2.4.4 La corrosion en présence d'une sollicitation mécanique :

Ce type de corrosion englobe les usures faisant intervenir les contraintes comme caractéristiques mécaniques des matériaux. Elle a souvent lieu lorsque le matériau est en présence d'une sollicitation mécanique extérieure ou intérieure tels que les frottements, l'érosion, l'abrasion, les vibrations...etc [28].

## 2.5 Morphologie de la corrosion

Selon la nature de l'attaque, la corrosion peut présenter des aspects très divers regroupés en deux grandes familles :

- ❖ La corrosion uniforme ou généralisée.
- ❖ La corrosion localisée.

### 2.5.1 La corrosion uniforme ou généralisée

C'est la forme la plus classique de corrosion, mais pas toujours la plus importante en termes économiques ou sécuritaires. La corrosion uniforme (Figure 1.2) se caractérise par l'existence de plusieurs processus électrochimiques individuels qui se produisent uniformément sur toute la surface considérée. Elle se traduit en diminution d'épaisseur par unité de temps (ou en perte de poids par unité de surface, et par unité de temps) si les produits de corrosion sont solubles, ou par un dépôt uniforme s'ils ne le sont pas. La corrosion uniforme peut être réduite ou évitée par un choix convenable du matériau, la modification du milieu ou la protection cathodique.

Ce type de corrosion peut être détecté longtemps avant qu'un ennui vienne interrompre la vie de l'équipement ou de la structure.

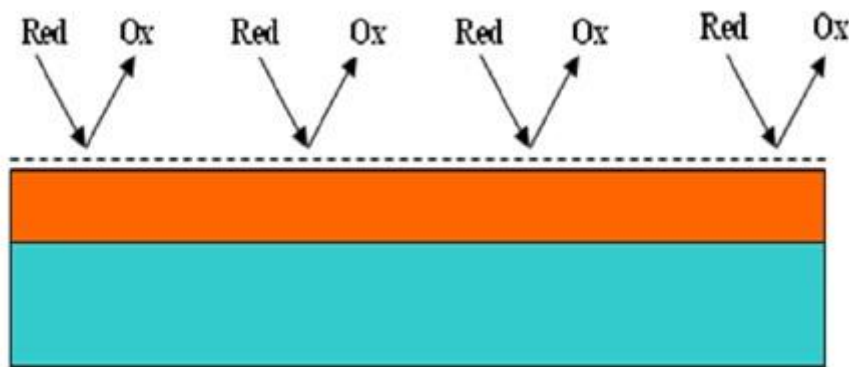


Figure 2-2 : Corrosion uniforme [28].

### 2.5.2 La corrosion localisée

La corrosion localisée, est la forme la plus insidieuse. Elle survient sur une partie du métal qui représente un lieu spécifiquement anodique, clairement distingué, dont la surface est très faible devant le reste de la structure métallique qui constitue la zone cathodique (Figure 1.3).

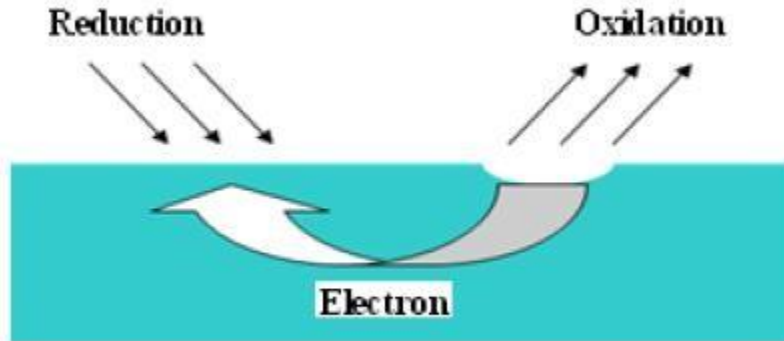


Figure 2-3 : Corrosion localisée [28].

On distingue plusieurs types de corrosion localisée que nous pouvons schématiser comme suit (Figure 2.4) :

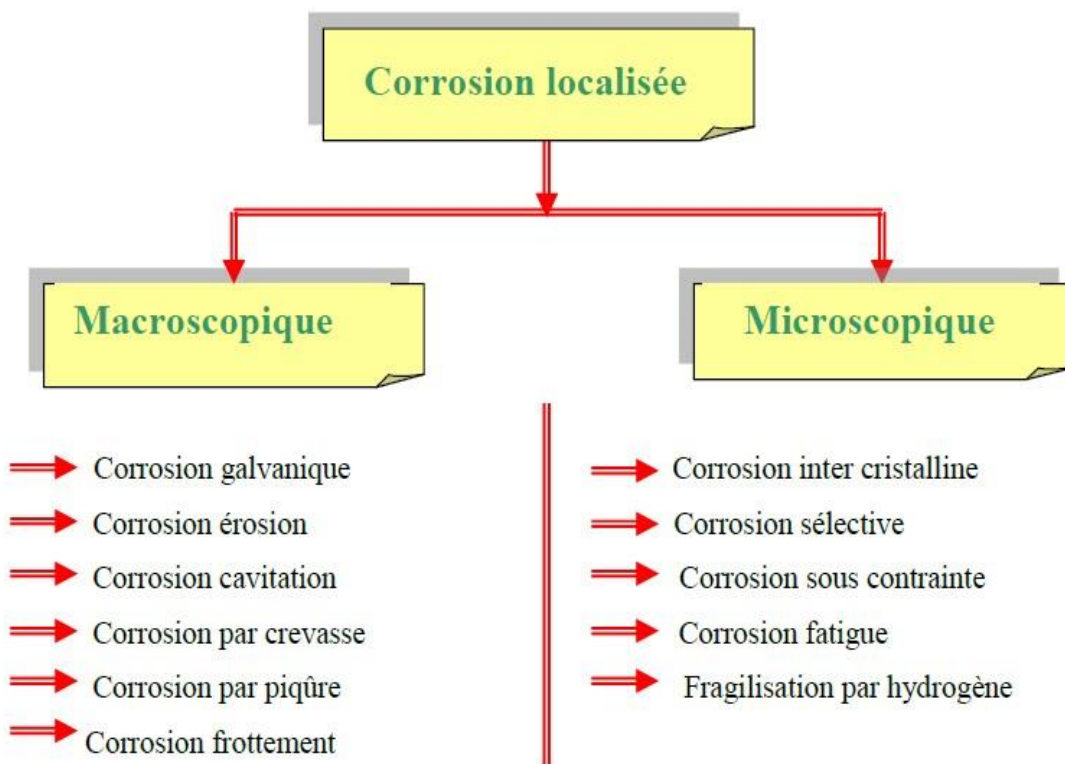


Figure 2-4 : Les différents types de la corrosion localisée [28].

## 2.6 Facteurs de corrosion

La tenue à la corrosion d'un matériau est en fait conditionnée par le comportement du système métal / environnement. Vu la diversité des facteurs de la corrosion on peut les résumer dans le tableau 2.1.

*Tableau 2-1 : Les différents facteurs de corrosion [30].*

Facteurs relatifs au milieu	Facteurs métallurgiques	Facteurs liés aux conditions d'emploi	Facteurs dépendant du temps
-Composition -Teneur en oxygène, en impuretés, en gaz dissous (CO <sub>2</sub> , NH <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> S,). - Différence d'aération - pH du milieu -Température -Cycle thermique -Gradient thermique -Agitation et écoulement -Contraintes appliquées statique et dynamique -Bactéries -Complexant -Irradiation	-Composition de l'alliage. -hétérogénéités cristallines. -Taille du grain -Etat de déformation -Contrainte résiduelle -Procédés d'élaboration. -Impuretés dans l'alliage, inclusions. -Traitements thermique mécanique.	- État de surface, défaut de fabrication. - Forme de pièces. -Sollicitations mécaniques. - Emploi d'inhibiteurs. Procédés d'assemblage (couple galvaniques, soudures...) -Force électromotrice extérieure (Électrolyse).	- Vieillessement. -Tensions mécaniques internes ou externes. - Température -Modalité d'accès de l'oxygène ou autres gaz dissous. -Modification des revêtements protecteurs. -Apparition d'un dépôt (calcaire ou autre).

## 2.7 Étude thermodynamique et cinétique électrochimique

### 2.7.1 Équation de Butler-Volmer

Cette équation donne la relation entre le potentiel et la densité de courant, elle est sous la forme suivante [30] :

$$\left[ \exp\left(\frac{\alpha n F \eta}{RT}\right) - \exp\left(-\frac{(1-\alpha)n F \eta}{RT}\right) \right] \quad (2-1)$$

Où :  $i$  : La densité de courant de transfert de charge (A/m<sup>2</sup>).

$i_0$ : La densité de courant d'échange de la réaction d'électrode en équilibre (A/m<sup>2</sup>).  $\alpha$  : Coefficient de transfert de charge ( $0 < \alpha < 1$ ).

$n$  : La valence du métal.

$F$  : La constante de Faraday (96500 C/mol).

$R$  : La constante des gaz parfait.

$T$  : Température (K).

$\eta$  : La surtension ou l'écart de potentiel par rapport au potentiel d'équilibre.

On constate que la courbe  $I = f(\eta)$  est une différence entre deux courbes exponentielles. L'une relative au processus anodique et l'autre au processus cathodique (Figure 2-5).

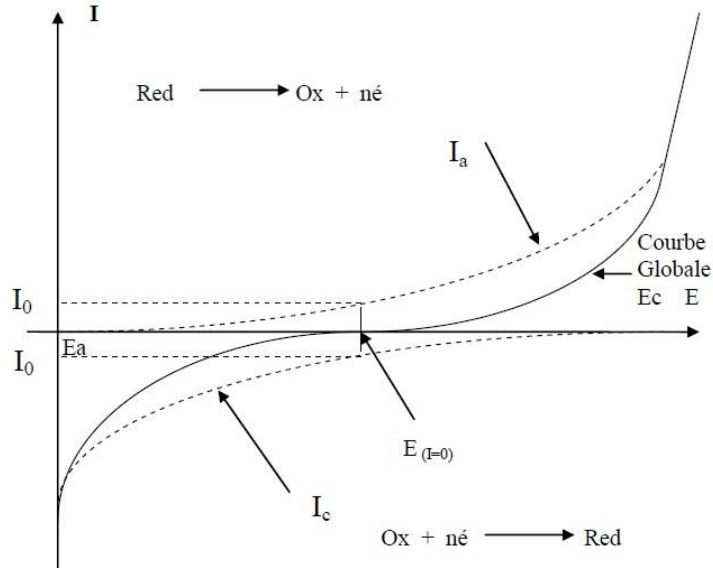


Figure 2-5 : Courbe intensité- potentiel théorique d'un système Red-Ox [28].

### 2.7.2 Vitesse de corrosion

La vitesse d'une réaction chimique peut être définie comme le nombre de moles d'atomes réagissant par unité de temps et de surface d'électrode ou par l'épaisseur de métal corrodé en fonction du temps [33].

La vitesse de corrosion peut être déterminée de façon relativement simple (perte de poids, d'épaisseur, ...) et permet d'accéder directement à la durée de vie de la pièce concernée.

Selon la loi de Faraday, lorsque  $n$  moles d'un métal réagissent, une quantité de charges électriques proportionnelles  $Q$ , passe à travers l'interface électrode/électrolyte :

$$Q = N.F. n \quad (2-2)$$

$F$  : désigne la constante de Faraday,  $F = 96490$  c/mol.

$n$  : nombre de charge, exprime le coefficient stœchiométrique des électrons dans l'équation de la réaction d'électrodes.

$N$  : nombre d'Avogadro,  $N = 6.023 \cdot 10^{23}$  moles.

En dérivant l'équation de Faraday par rapport au temps, on obtient la loi de Faraday sous sa forme la plus utilisée :

$$I = nF \frac{dn}{dt} \quad (2-3)$$

$I = \frac{dQ}{dt}$  : c'est l'intensité du courant électrique, en Ampères.

$V = \frac{dn}{dt}$  : représente la vitesse de réaction en mol/s.

Donc :

$$V = \frac{dn}{dt} = \frac{I}{nF} [\text{mol/s}] \quad (2-4)$$

Etant donné que les réactions électrochimiques sont hétérogènes, leurs vitesses de réaction peuvent s'exprimer aussi en mol/s et par unité d'aire, on a donc :

$$V = \frac{I}{nFA} = \frac{i}{nF} [\text{mol/s.cm}^2] \quad (2-5)$$

Où

$i$  : représente la densité du courant [ $A/cm^2$ ].

La loi de Faraday indique que la vitesse d'une réaction d'électrode est proportionnelle à l'intensité de courant électrique à travers l'interface électrode / électrolyte [33].

La masse de métal déposé sur la cathode est proportionnel au courant et a la durée de l'électrolyse :

$\Delta m = k I \Delta t$   $\Delta m$  : la vitesse moyenne de corrosion.

$$\begin{aligned} \text{On a } V &= \frac{dN}{dt} = \frac{d m}{dt M} = \frac{1}{M} \frac{dm}{dt} \\ V &= \frac{I}{nF} \\ \frac{1}{M} \frac{\Delta m}{\Delta t} &= \frac{I}{nF} \end{aligned}$$

$$\Delta m = \frac{M}{nF} * I \Delta t \quad \text{avec } \frac{M}{nF} = k$$

$$\Delta m = k I \Delta t = k i A \Delta t$$

$K$  : équivalent électrochimique

$$\Delta m = \rho \Delta v = \rho A \Delta e \quad \rho A \Delta e = k i A \Delta t$$

$$\begin{aligned} \frac{\Delta e}{\Delta t} &= \frac{ki}{\rho} \\ \frac{\Delta e}{\Delta t} &= \frac{Mi}{nF\rho} \quad (2-6) \end{aligned}$$

Cette relation permet de déterminer la vitesse de corrosion en mm/ans, une vitesse de corrosion inférieure à 0.5mm/ans étant acceptable [34].

## 2.8 Les méthodes de protection des métaux contre la corrosion

D'une manière générale, la protection contre la corrosion peut être réalisée selon deux principes fondamentaux

- Recouvrir le métal menacé par la corrosion avec un revêtement plus résistant que le métal lui-même.
- Modifier l'état électrique du système de façon à protéger le métal.

Les moyens utilisés sont nombreux mais ils relèvent tous de ces deux principes. La figure 2.6 : indique quels sont ces moyens.



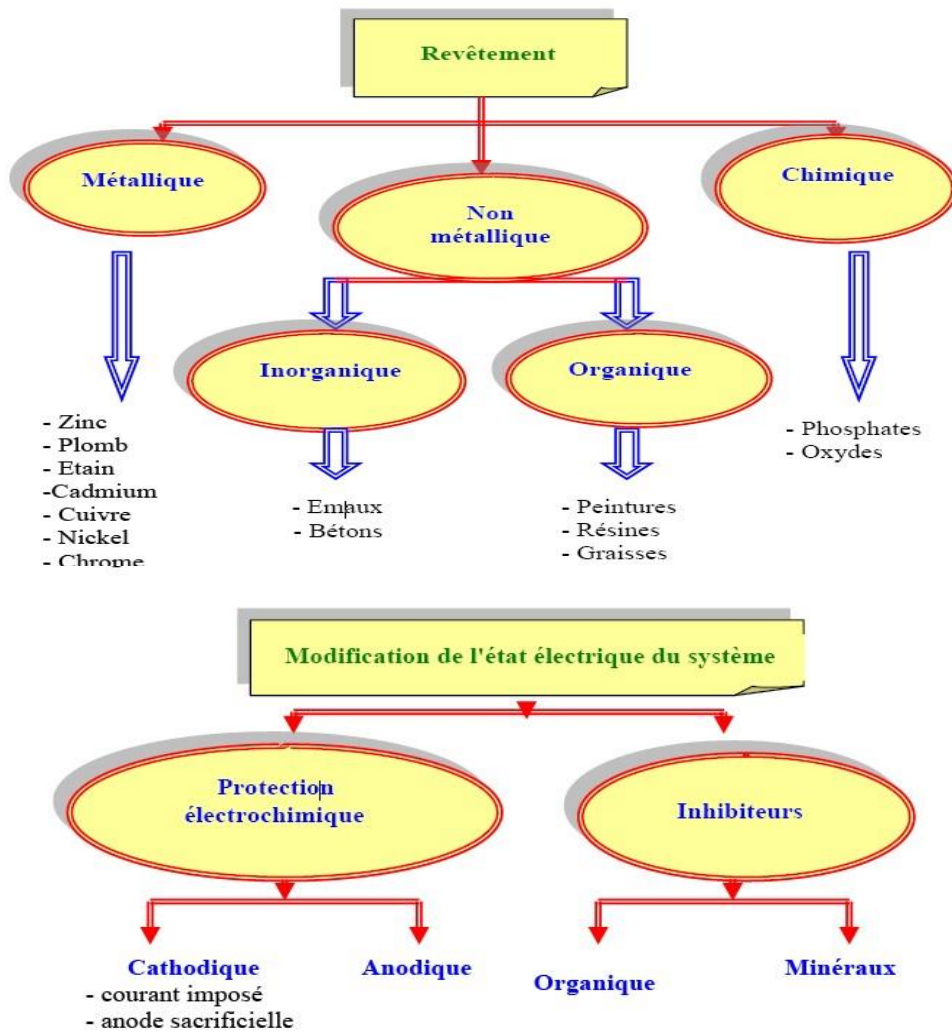


Figure 2-6 : les moyens de protection contre la corrosion.

## 2.9 La corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte peut affecter toutes les structures et les composants métalliques soumis à des contraintes sous un environnement corrosif. Ces conditions provoquent la formation et la croissance rapide des fissures dans les structures. Ceci peut être particulièrement dangereux surtout quand le facteur de sécurité est primordial (industrie pétrochimique, installations de gaz, industrie chimique, aéronautique, industrie nucléaire).

L'étude de la corrosion sous contrainte exige une approche interdisciplinaire qui implique l'électrochimie, science des matériaux et mécanique.

### 2.9.1 Définition de la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée due à une perturbation de la passivité qui résulte de l'action synergique sur un matériau d'un milieu corrosif et d'une contrainte ou d'une déformation imposée au-dessous de la limite conventionnelle d'élasticité (figure II.2). L'action conjuguée de ces deux facteurs peut être suffisante pour provoquer la formation de microfissures, cette fissuration se produit à partir d'une rupture locale de la couche passive. La corrosion sous contrainte est donc liée à l'existence même de la passivité [43,44].

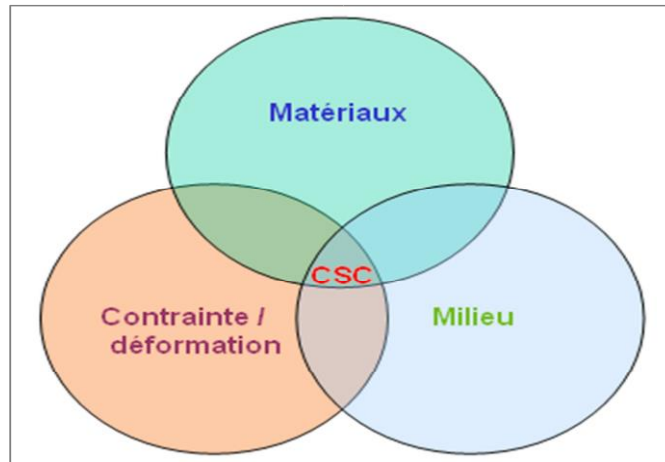


Figure 2-7 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte [42]

Les conditions opératoires et les facteurs influençant de la corrosion sous contraintes sont bien montrés dans la figure 2.7. On peut distinguer trois parties :

- Le système :

Le système est soit un matériau, une soudure ou un revêtement. Les facteurs sont la composition chimique, la structure et les propriétés électrochimiques et mécaniques.

- Les contraintes :

Les contraintes peuvent être résiduelles ou appliquées. Les contraintes résiduelles peuvent être d'origine thermique ou mécanique. Les facteurs sont la nature des contraintes (traction, compression...), leur intensité.

- L'environnement :

C'est le milieu corrosif qui peut être liquide ou gazeux. Il est caractérisé par la constitution, les concentrations, le pH et la température [45].

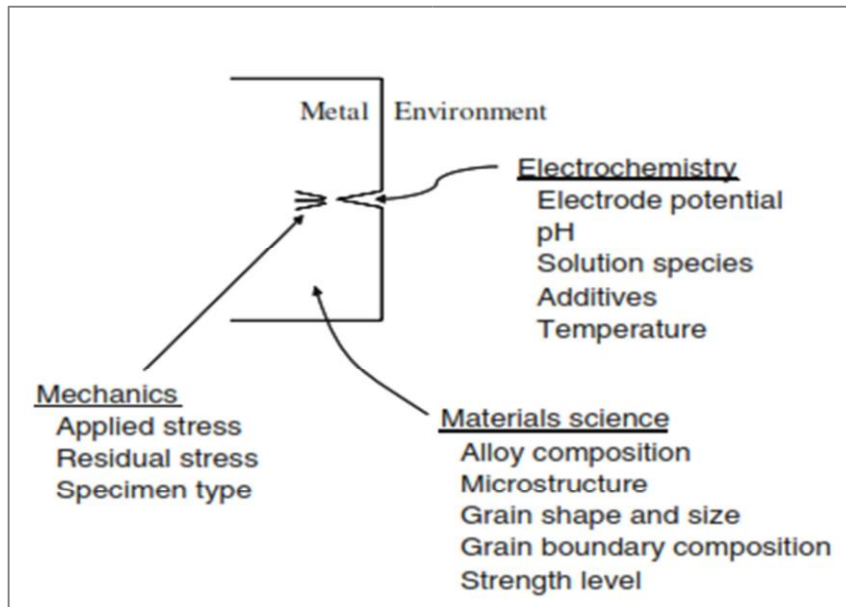


Figure 2-8 : Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC [45].

### 2.10 Paramètres influençant la corrosion sous contrainte

Pour qu'une fissure de corrosion sous contrainte se forme et se propage, il faut qu'il y est une combinaison appropriée des trois facteurs : une contrainte de traction, un environnement corrosif et le facteur matériau caractérisé par sa composition chimique et sa microstructure.

#### 2.10.1 Microstructure et composition chimique

Le rapport entre la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et la microstructure ou la composition reste complexe. Les conditions métallurgiques qui incluent les phases actuelles dans la matrice et joints de grains, la composition des phases, la ségrégation des joints de grains sont des facteurs importants pour la corrosion sous contrainte.

- La présence d'une certaine quantité de ferrite dans un acier inoxydable initialement austénitique peut bloquer les fissures, suggérant que la ferrite soit plus résistante à la corrosion sous contrainte [49].
- La précipitation uniforme de carbure dans une matrice d'austénite a été trouvée pour améliorer la résistance [46].

## Chapitre 2 : CORROSION SOUS CONTRAINTE

- Une teneur élevée de nickel et de chrome améliore la résistance à la corrosion sous contrainte. La courbe de la figure II.4 montre l'influence de la teneur en nickel d'un alliage à 18% de chrome sur sa résistance à la corrosion sous contrainte. L'examen de la courbe montre que ce sont les nuances à 8% de nickel (c'est-à-dire les plus courantes) qui sont les plus sensibles. À partir d'environ 15% de nickel, la durée de vie augmente sensiblement. À une teneur en nickel de 50%, le risque de corrosion sous contrainte est quasi nul. L'influence favorable d'une teneur élevée en nickel s'explique par le rôle que joue cet élément sur la distribution des dislocations [meilleur]. L'influence des autres éléments comme le molybdène et le carbone dans les aciers austénitiques n'a pas été déterminée [49].

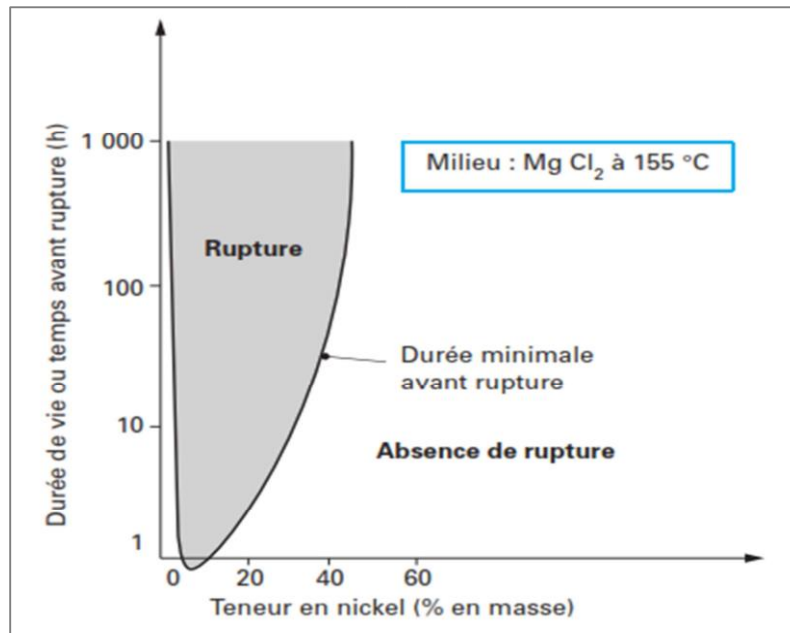


Figure 2-9 : Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome [41].

### 2.10.2 Influence de l'environnement

Le phénomène de corrosion sous contrainte peut être observé dans des milieux peu agressifs (eau chaude) qui, en l'absence d'un champ de contraintes de traction, ne provoqueraient aucune corrosion. Les eaux dont la teneur en chlorures est de l'ordre de 100 p.p.m et dont la température est supérieure à  $60\text{ °C}$  sont susceptibles de provoquer une fissuration pour les aciers inoxydables austénitiques [41].

Les aciers inox austénitiques sont principalement sensibles aux milieux chlorurés, l'agressivité des chlorures devient particulièrement importante aux hautes températures, une augmentation de la concentration dans la solution cause une augmentation de la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et une diminution du temps de fissuration (figures 2.10 et 2.11).

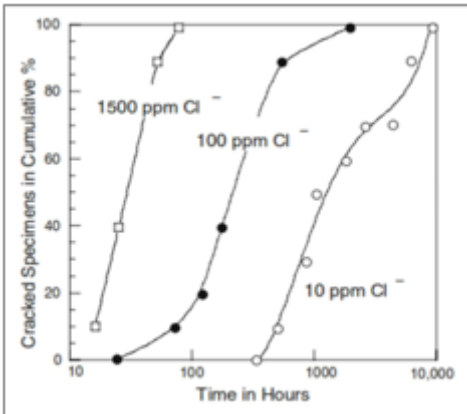


Figure 2-10 : Effet de concentration en chlorure sur la susceptibilité de CSC d'un acier austénitique [24].

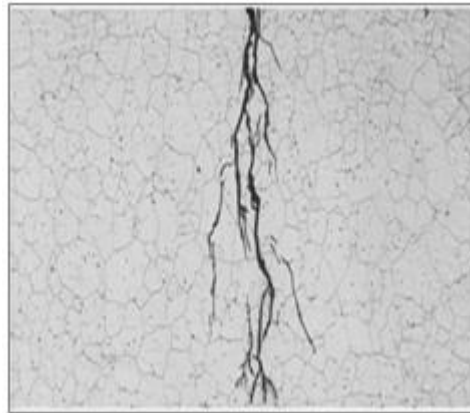


Figure 2-11 : fissuration due à la corrosion sous tension d'une pipe en acier 316 dans un milieu chloruré [24].

Les aciers inoxydables peuvent être sensible à d'autres milieux telles que les solutions d'hydroxyde d'acide polythionique ( $H_2S_xO_{6x} = 3, 4, 5$ ) (figure 2-12), de thiosulfate, ainsi qu'à des ions de  $Br^-$  et  $F^-$ .

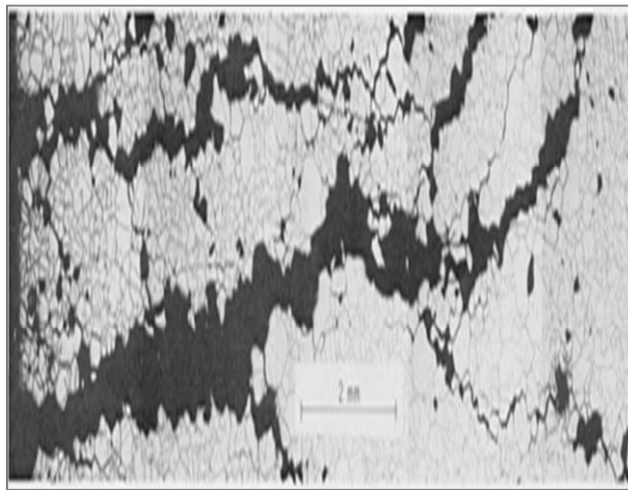


Figure 2-12 : Fissuration due à la corrosion sous contrainte d'une pipe en acier 304 dans l'acide polythionique [24].

La température est l'un des paramètres les plus importants car la fissuration est rencontrée principalement dans les branches chaudes. La température a une influence directe sur le temps nécessaire à la fissuration qui diminue avec l'augmentation de cette dernière. Puisque la corrosion sous contrainte est un phénomène lié aux solutions à haute température, le contenu d'oxygène est inévitablement bas.

La susceptibilité à la fissuration n'est pas particulièrement sensible au pH, mais en général elle est plus grave dans les solutions les plus acides. Cependant, dans la propagation des fissures, c'est le pH local dans le bout de fissure qui est important plutôt que le pH de la solution [50].

D'une manière générale, il faut éviter tout phénomène favorisant la concentration en ions agressifs  $\text{Cl}^-$  ou  $\text{OH}^-$  et limiter la température de service. Par contre, l'acidité du milieu n'a pratiquement pas d'importance pour des pH compris entre 3 et 10 [41].

### 2.11 Mécanisme de corrosion sous contrainte

Le phénomène de corrosion sous contrainte est d'une étude assez complexe due principalement à la multiplicité des facteurs tant mécaniques que chimiques susceptibles d'entrer en jeu.

Les fissures se développent à plusieurs branches et perpendiculairement à l'axe de contrainte de traction. Généralement il est difficile de détecter ces fissures aux étapes initiales du développement par des techniques non destructives jusqu'à ce qu'elles se sont développées à des proportions catastrophiques. L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte  $\sigma$  appliquée.

Le procédé global de corrosion sous contrainte peut être divisé en deux étapes : le processus de déclenchement, qui dans beaucoup de cas est précédé par une période d'incubation et le processus de propagation. Les changements les plus importants ont lieu avant le processus de déclenchement, l'établissement d'un environnement local approprié à la fissuration. D'un point de vue pratique, cette étape est très importante particulièrement pour le déclenchement [45]. Dans le mécanisme de corrosion sous contrainte, on distingue deux phases :

#### 2.11.1 Amorçage de la fissuration

L'initiation à la fissuration se fait en deux étapes :

- 1- Détérioration localisée du film passif qui est due à des opérations mécaniques ou à des attaques chimiques des ions agressifs comme les  $\text{Cl}^-$ .
- 2- Formation d'une piqure après que le film soit détruit localement qui sera la source de la fissuration.

Cette piqure va produire la fissuration de deux façons :

- D'abord, la piqure va augmenter l'état de contraintes de manière à ce que la charge externe appliquée soit intensifiée ou amplifiée localement autour de la piqure, les dislocations (et éventuellement l'hydrogène) viennent alors s'accumuler à la frontière entre cette zone de taille très réduite et le reste du métal. Lorsque la contrainte qui en résulte dépasse **une valeur critique**, il y aura déclenchement des fissures (figure 2.13)

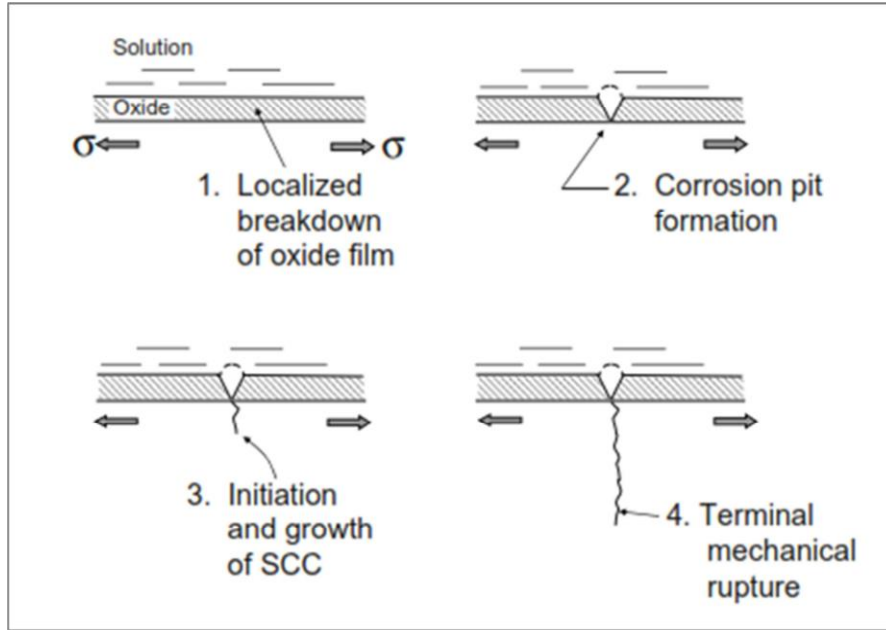
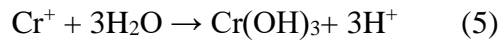


Figure 2-13 : Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte [45].

D'autre part, la piqure est une source pour les ions  $H^+$ . Par exemple, pour aciers inoxydables, la réaction est la suivante :



Les ions  $H^+$  peuvent être réduits en atomes d'hydrogènes au fond d'une fissure naissante d'une corrosion sous contrainte (figure II.9). Ce processus d'acidification local peut mener au phénomène de la fragilisation par l'hydrogène, qui aide la progression de la fissure. Ceci dit la fragilisation par l'hydrogène et le taux de pénétration d'hydrogène ne peut pas toujours être liée à la corrosion sous contrainte [47].

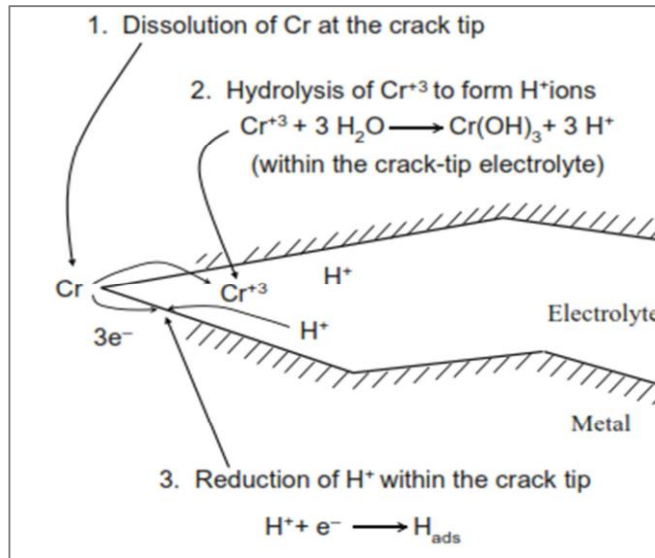
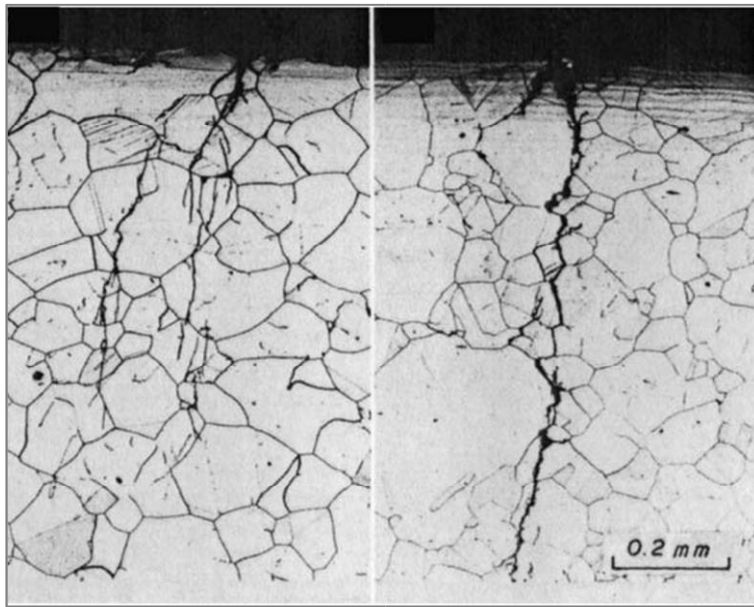


Figure 2-14 : Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions  $H^+$  [45].



### 2.11.2 Etape de propagation

L'étape de propagation des fissures de CSC comprendrait deux stades. Après une durée correspondant à l'amorçage vrai, la CSC se propagerait dans un stade lent. Puis, au-delà d'une taille de fissure critique de quelques dizaines de micromètres, la fissuration entrerait dans un stade de propagation rapide [51]. La propagation des fissures peut être inter granulaire ou trans granulaire, ça dépend seulement du degré de sensibilisation, parfois on observe les deux types sur la même surface de rupture. À mesure que l'intensité d'effort augmente, la déformation plastique liée à la propagation des fissures augmente. Quand la région finale de rupture est approchée, la déformation plastique peut être appréciable parce que les alliages résistants à la corrosion sont fréquemment tout à fait malléables (figure 2.15) [50].



(a)

(b)

*Figure 2-15 : Phase de propagation inter granulaire et trans granulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20% [45].*

La fissuration par corrosion inter granulaire diffère nettement de la corrosion sous contrainte inter granulaire. Dans la corrosion sous contrainte inter granulaire, les fissures sont concentrées dans les zones de contraintes maximales et tendent à se propager perpendiculairement à l'axe de contrainte principale. Par contre, dans la corrosion inter granulaire classique, les fissures sont uniformément distribuées à travers le métal sans direction préférentiel [47].

## 2.12 Les méthodes d'étude de la corrosion sous contrainte

### 2.12.1 Les essais à déformation imposée

Ce type d'essai est le plus facile à mettre en œuvre, il consiste à utiliser des échantillons pré-déformés et maintenus le plus souvent par un dispositif de bridage (Figure 2.16). Il permet de plus de tester un grand nombre d'éprouvettes en même temps et de comparer ainsi la résistance de différents matériaux (ou de différents états d'un même matériau) d'une manière rapide. Toutefois, ce type de test ne permet pas en général, d'avoir d'informations précises quant à l'état



initial de contrainte des échantillons, et fournit seulement des informations qualitatives sur le comportement du matériau dans le milieu considéré. Les résultats obtenus dépendent de plus grandement du mode de mise en charge des éprouvettes et il faut veiller, lors de la mise en forme des échantillons, à la reproductibilité de la procédure de préparation [52].

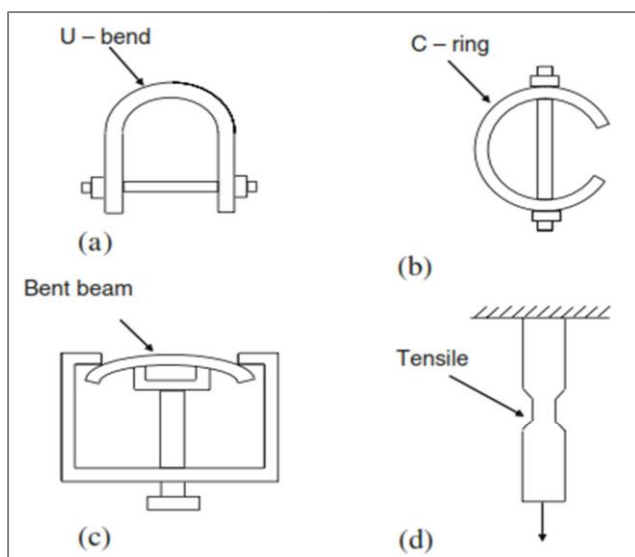


Figure 2-16 : : Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC [52].

### 2.12.2 Les essais à vitesse de déformation imposée

Ce sont en toute rigueur des essais de traction à vitesse d'allongement constante réalisés en général à une faible vitesse de déformation. Ce type de test, en général très sévère, offre l'avantage de toujours conduire à la rupture des éprouvettes dans un temps relativement prévisible. La part due à la corrosion sous contrainte peut alors être évaluée par examen des surfaces de rupture et estimation de l'importance des zones d'aspect fragile (corrosion) par rapport aux zones ductiles (rupture mécanique pure).

La sensibilité du matériau peut aussi être évaluée à partir de l'enregistrement de la courbe de traction par la réduction de l'allongement à rupture (perte de ductilité) ou la diminution apparente de la charge à rupture.

## 2.13 Méthodes de préventions

Les méthodes pour éliminer la corrosion sous contrainte sont basées sur la connaissance des mécanismes et sur l'expérience technologique. Les mesures préventives sont les suivant :

- 1- Le choix des matériaux. (Par exemple les additions de Ni aux aciers inoxydables du CrFe18 augmentent le temps à la fissuration dans les solutions d'ébullition de chlorure de magnésium ;
- 2- Eliminer les contraintes résiduelles par traitement thermique de détente ;
- 3- Diminuer la concentration des espèces environnementales agressives ;
- 4- Ajouter des inhibiteurs à la solution ;
- 5- Effectuer un traitement de grenailage au niveau des soudures pour remise en contraintes de compression ;
- 6- Emploi de revêtement organique si c'est possible [46,48].

**Chapitre 3 : Les**  
**échangeurs de chaleur**

### **3 Les échangeurs de chaleur**

#### **3.1 Introduction**

Les échangeurs de chaleur ont été utilisés dans diverses industries pour un large éventail d'applications. Certaines de ces applications peuvent être trouvées dans le secteur de chauffage, domaine de climatisation, production d'électricité, récupérations de la chaleur perdue, et traitement des produits chimiques...etc. [53]

#### **3.2 Définition :**

Les échangeurs de chaleur sont des appareils permettant de transférer de la chaleur entre deux fluides à des températures différentes. Dans la plupart des cas, les deux fluides ne sont pas en contact, et le transfert s'effectue à travers une surface d'échange. Au sein de la paroi séparatrice, le mécanisme de transmission de la chaleur est la conduction, et sur chacune des deux surfaces de contact avec les fluides, ce sont presque toujours les phénomènes de convection qui prédominent. [53]

Un échangeur peut avoir différentes fonctions dans une installation et avoir d'autres noms :

- **Échangeur** : Il permet le transfert de chaleur d'un fluide vers un autre sans changement d'état de ces fluides
- **Condenseur** : Il permet le changement d'état d'un fluide : exemple passer de l'état liquide à l'état gazeux
- **Rebouilleur** : Échangeur de chaleur utilisé pour réchauffer ou vaporiser un fluide
- **Réchauffeur** : Il permet d'augmenter la température d'un fluide ou d'un solide pour l'utiliser dans un système exemple réchauffage de l'huile pour une meilleure circulation dans les pipes, réchauffage du gaz avant l'entrée dans une turbine
- **Cooler** : Il permet de refroidir un gaz ou un fluide après que celui-ci ait été utilisé exemple soustraire les calories emmagasinées par de l'huile lubrification d'un moteur thermique. Chacune de ces différentes applications nécessite des techniques de mise en œuvre particulière [55]

#### **3.3 Les Modes de fonctionnement des échangeurs :**

La classification des échangeurs peut être établie d'après le sens relatif de l'écoulement des deux fluides. [54]

##### **À courant parallèle :**

Les deux fluides sont disposés parallèlement et vont dans le même sens.

La différence de température entre les deux fluides est donc maximum à l'entrée de l'échangeur (risque de choc thermique) et tend vers 0 à la sortie de l'échangeur On est donc limité par le fait que  $\theta_2 < T_2$ .

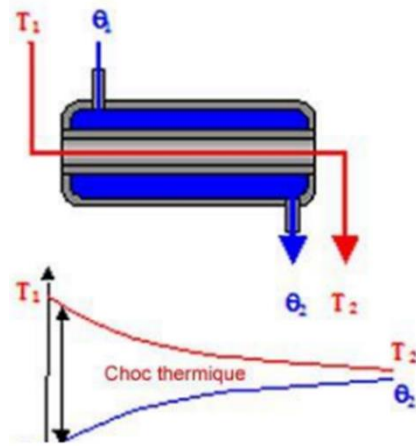


Figure 3-1 : Circulation à courant parallèle.

À **contre-courant** : mais les courants vont dans des sens opposés.

Dans ce cas les deux fluides circulent en sens inverse. La différence de température entre les deux fluides reste donc constante dans tout l'échangeur De plus on peut avoir  $\theta_2 < \text{ou} = \text{ou} > T_2$  ce qui permet d'utiliser une plus grande plage de température.

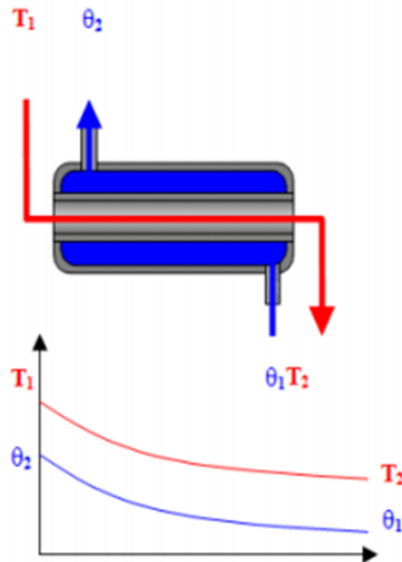


Figure 3-2 : Circulation à contre-courant

À **courant croisé** : les deux fluides sont positionnés perpendiculairement.

À **tête d'épingle** : un des deux fluides fait un demi-tour dans un conduit plus large, que le deuxième fluide traverse. Cette configuration est comparable à un échangeur à courant parallèle sur la moitié de la longueur, et pour l'autre moitié à un échangeur à contrecourant.

À **contact direct ou à mélange** : les deux fluides peuvent être mis en contact comme c'est le cas dans les tours de refroidissement, des buses projetant de l'eau chaude sont disposées sur les parois intérieures de la tour, l'air extérieur admis par le bas s'échauffe et du fait de son changement de densité monte de bas en haut, permettant ainsi de refroidir l'eau. [55]

### 3.4 Les types d'échangeurs :

#### 3.4.1 Echangeurs à fluide séparés :

Nous ne considérons ici que les échangeurs à fluides séparés, ou le transfert de chaleur s'effectue à travers une paroi matérielle, ce qui exclut donc les échangeurs dits « à contact direct ». Dans ces appareils dominent deux grandes familles : les échangeurs tubulaires et les échangeurs à plaques. [55]

#### 3.4.2 Echangeurs tubulaires :

Comme leur nom l'indique, les échangeurs tubulaires sont constitués de tubes dont la paroi forme la surface d'échange. Ils comportent [55]

-soit un tube unique (serpentin) : dans lequel le tube est placé à l'intérieur d'un réservoir et a généralement la forme d'un serpent [56]

-soit deux tubes coaxiaux (échangeurs bitubes) : [56]

L'un des fluides circule dans le tube central et l'autre dans la couronne comprise entre les deux tubes. La circulation des fluides peut s'effectuer soit dans le même sens (on parle alors d'échangeurs "co-courant") soit en sens inverse, dans ce cas l'échangeur est dit à "contrecourant". Le tube intérieur peut être muni d'ailettes pour augmenter la surface d'échange et créer des turbulences de manière à augmenter l'efficacité.

-soit un faisceau de tubes enfermé dans une enveloppe appelée calandre : [55]

Ces échangeurs sont les plus fréquemment utilisés dans l'industrie. Ils peuvent être fabriqués à partir de nombreux matériaux et sont utilisables pratiquement sans limite de température et de pression.

Il existe de nombreux types d'échangeurs à tubes et calandre (à tête flottante, à tubes en U...).

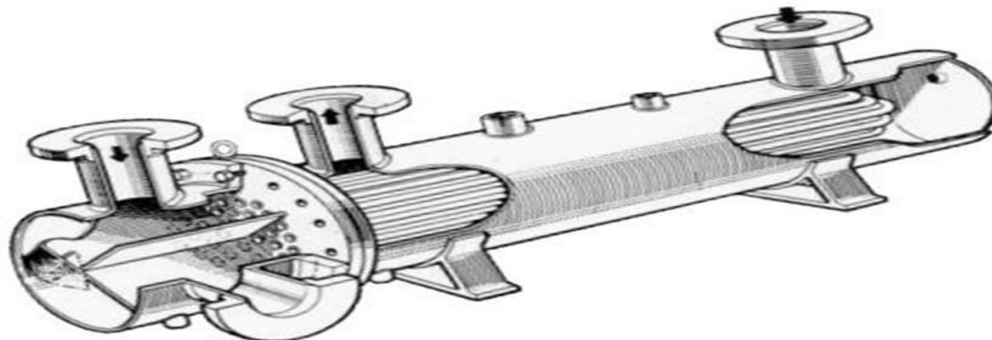


Figure 3-3 : Echangeur à faisceaux et calandre (multitubulaire) type 1 passe côté calandre, 4 passes côté tubes (1-4 à faisceau en U) .

#### 3.4.3 Échangeurs à plaques :

Des canaux plats où la circulation peut être soit diagonale soit latérale. Il y a évidemment alternance du fluide froid et du fluide chaud d'un canal au suivant. Globalement, la distribution des fluides entre les différents canaux se fait en U, en Z ou selon un schéma multi passes.

Plusieurs technologies sont en concurrence. La principale, et la plus ancienne, est celle des échangeurs à plaques avec joints. Ces échangeurs ne peuvent être utilisés que pour des pressions maximales de 30bars et des températures maximales de 200 degrés Celsius. D'autres technologies plus récentes permettent de remédier aux inconvénients de l'existence de joints, comme les échangeurs à plaques soudées.

## Chapitre 3 : Les échangeurs de chaleur

Il existe d'autres échangeurs à plaques dont la diffusion est moins importante tels que les échangeurs à spirales et les échangeurs à plaques brasées.

Reste encore les échangeurs à plaques serties qui sont constitués d'un assemblage de tôles, Planes parallèles entre lesquelles sont disposées des ailettes. [55]

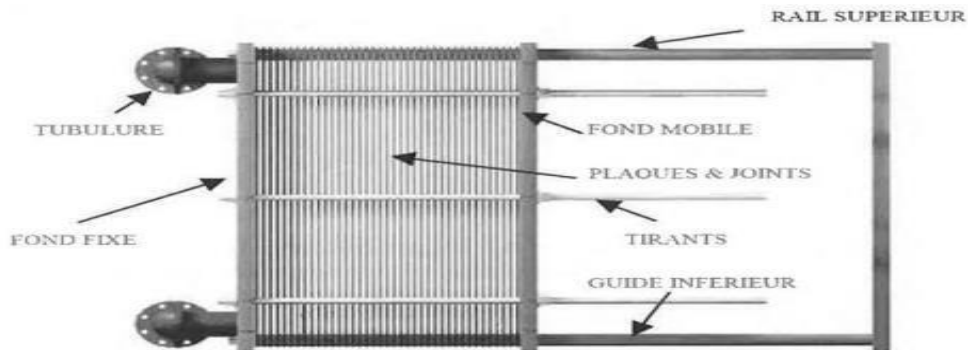


Figure 3-5 : Echangeur à plaques et joints.

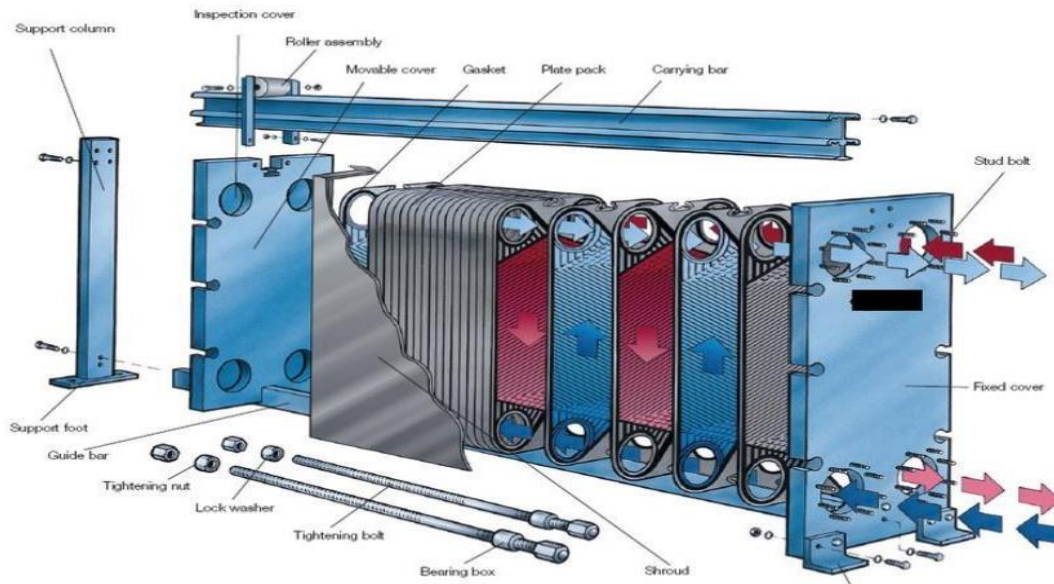


Figure 3-4 : Plan éclaté d'un échangeur plaque et joints.

### 3.5 Problèmes de Fonctionnement

Lors de l'exploitation des échangeurs de chaleur, les industriels sont le plus souvent confrontés aux phénomènes :

- D'encrassement,
- De corrosion,
- De vibrations,
- Voire de tenue mécanique des appareils

### 3.6 L'encrassement

L'encrassement des équipements de transfert thermique est défini comme étant la déposition et l'accumulation de matériaux ou de substances indésirables sur les surfaces d'échange de chaleur [57]. Ces dépôts peuvent être de la rouille, du tartre (sédiment), de la vase, des cristaux, des résidus biologiques, des produits de réaction chimique ou la combinaison de plusieurs de ces éléments.

Cette couche d'encrassement qui se forme sur l'un ou les deux côtés de la surface d'échange de chaleur possède une conductivité thermique plus faible que celle du métal constituant cette surface, ce qui engendre l'augmentation considérable de la résistance au transfert thermique et donc, une diminution des performances de l'échangeur de chaleur. D'autre part, ce film d'encrassement réduit la section de passage du fluide entraînant, ainsi, une augmentation de la perte de charge dans l'appareil. [58] (Voir figure 3-6).



Figure 3-6 : Exemple d'un faisceau de tubes d'un échangeur encrassé [58].

#### 3.6.1 Les différents types d'encrassement [59]

Il est possible de classer l'encrassement selon le mécanisme qui contrôle la vitesse de dépôt, selon les conditions d'utilisation de l'échangeur ou selon le mécanisme dominant, même s'il ne contrôle pas la vitesse de dépôt. Nous adopterons, comme la plupart des auteurs [Epstein1978], cette dernière méthode de classification. Six types différents peuvent alors être définis :

- encrassement particulaire ;
- corrosion ;
- entartrage ;
- encrassement biologique ;
- encrassement par réaction chimique ;
- encrassement par solidification.

##### 3.6.1.1 *Encrassement particulaire* [60]

C'est ce qui se passe quand des particules fines, contenues dans un fluide, se déposent sur une surface d'échange de chaleur

- L'eau des chaudières contenant des produits de corrosion ;

- Les écoulements gazeux pouvant être fortement chargés de particules de poussières Dans certains cas, lorsque le dépôt est important, le processus sera considéré comme encrassement par sédimentation.

### 3.6.1.2 Entartrage [63]

L'entartrage d'une surface d'échange est généralement associé à la production d'un solide cristallin à partir d'une solution liquide. Il dépend donc fortement de la composition des eaux industrielles. L'entartrage se matérialise par une formation d'incrustations adhérentes et dures sur les surfaces d'échanges généralement métalliques. Pour qu'il y ait entartrage, deux conditions doivent être remplies :

- La limite de solubilité du sel contenu dans l'eau doit être dépassée ;
- La vitesse de dépôt doit être suffisamment rapide.

### 3.6.1.3 Encrassement par corrosion

L'encrassement par corrosion est le résultat d'une réaction chimique ou électrochimique entre la surface de transfert de chaleur et le fluide en écoulement. Les produits de la réaction qui se forment et restent sur la surface d'échange créent l'encrassement. [59]

L'encrassement par corrosion est un promoteur potentiel pour tous les autres types d'encrassement. Les produits de corrosion peuvent en effet servir de germes de nucléation pour des solutions sursaturées, piéger les particules en suspension, servir d'abris pour le développement de micro-organismes et même catalyser certaines réactions [63].

Elle se définit comme un processus de dégradation des matériaux métalliques (on convient également d'utiliser cette définition pour les matériaux non métalliques) sous l'action d'un milieu agressif. En principe les mécanismes de dégradation des matériaux métalliques et non métalliques sont différents, mais conduisent au même résultat pratique : la destruction du matériau<sup>6</sup>.

### 3.6.1.4 Encrassement biologique [61]

L'encrassement biologique est dû au développement de micro-organismes qui créent un film encrassant au contact de la surface d'échange. Il peut être causé par trois grands types de micro-organismes :

- les bactéries dont le développement est dû à un apport nutritif de type hydrocarbures ;
- les algues dont le développement est dû à la présence d'énergie solaire avec photosynthèse ;
- les champignons dont le développement sont dus aux changements des conditions physicochimiques telles que l'humidité, la température et le pH.

### 3.6.1.5 Encrassement par réaction chimique :

Les dépôts sont des produits solides de réactions chimiques ayant eu lieu au voisinage de la surface d'échange de chaleur dont le matériau ne participe pas à la réaction mais peut agir comme catalyseur. Ces réactions sont souvent des réactions de polymérisation. [63]

Ce type d'encrassement peut être rencontré dans l'industrie nucléaire, alimentaire et dans les procédés de raffinage du pétrole. Il peut être affecté par les conditions opératoires (vitesse, température, concentration), ainsi que par la composition du fluide c'est-à-dire le constituant principal et les constituants secondaires même à l'état de trace tels que les oléfines, l'oxygène moléculaire et l'air, les composés oxygénés soufrés et azotés, les sels inorganiques, l'eau, les impuretés métalliques libres et les produits de corrosion. [63]

### 3.6.1.6 Encrassement par solidification :

Il s'agit de la solidification d'un liquide pur au contact d'une surface d'échange sous refroidie (formation d'une couche de glace à l'intérieur des conduites) ou du dépôt d'un constituant à haut point de fusion d'un



liquide au contact d'une surface de transfert de chaleur froide (dépôt des hydrocarbures paraffiniques). [63], [61]

### 3.7 Corrosion

Elle se définit comme un processus de dégradation des matériaux métalliques (on convient également d'utiliser cette définition pour les matériaux non métalliques) sous l'action d'un milieu agressif. En principe les mécanismes de dégradation des matériaux métalliques et non métalliques sont différents, mais conduisent au même résultat pratique : la destruction du matériau. [64]

#### 3.7.1 Types de Corrosion

Selon l'aspect des dégradations, la corrosion peut se présenter sous différentes formes à savoir la corrosion généralisée ou la corrosion localisée.

##### 3.7.1.1 *Corrosion généralisée*

Se caractérise par une même vitesse de corrosion sur toute la surface métallique en contact avec le milieu agressif. En général, une surépaisseur de corrosion peut être adoptée sur les pièces, en tenant compte de la durée de vie de fonctionnement à prévoir pour la pièce considérée.

##### 3.7.1.2 *Corrosion localisée*

Elle apparaît dans le cas où la vitesse de corrosion diffère d'un endroit à l'autre de la surface du métal exposé à l'agent corrosif. Plusieurs formes de corrosion localisées sont observées dont on peut citer :

- **Corrosion par piqûres** : seuls quelques endroits ponctuels de la surface métallique sont corrodés,
- **Corrosion sous tension** : cette forme de corrosion se manifeste dans les zones soumises à des contraintes mécaniques,
- **Fatigue-corrosion** : elle concerne tout matériau en milieu corrosif marqué par des fissures et une rupture se produisant pour un nombre de cycles et une contrainte bien inférieurs au cas d'une fatigue en milieu non corrosif.
- **Corrosion galvanique** : si deux métaux possédant un potentiel électrochimique différent sont mis en contact dans un milieu corrosif, il se produit alors passage d'un courant (création d'une pile électrique) conduisant à la corrosion du métal le plus négatif, Retenons enfin, que la corrosion des métaux peut se faire selon des processus chimiques ou électrochimiques influencés par plusieurs paramètres dont :
  - La nature du métal.
  - Son état de surface.
  - La nature de l'agent agressif, et les conditions physico-chimiques.

### 3.8 Vibrations

L'excès des vibrations « environnementale » de l'équipement, y compris les compresseurs d'air, les machines frigorifiques ou autres moteurs peuvent causer des défaillances des tubes qui se forment à la suite des fissures de fatigue ou de l'érosion (cas où les tubes sont en contact avec les chicanes). Idéalement, les échangeurs de chaleur doivent être isolés de toute forme de vibration. [64]



*Figure 3-7 : La vitesse des vibrations induites le long d'un tube.*

Les vitesses des fluides qui dépassent  $1,2 \text{ m.s}^{-1}$  pourraient causer des dommages dans les tubes. La vitesse des vibrations induites peut aussi causer des ruptures de fatigue par durcissement des tubes aux points de contact entre les chicanes ou dans les segments en U, conduisant finalement à des fissures et des fractionnements.

### 3.9 La fatigue thermique

Des tubes, principalement dans les sections cintrées en U, peuvent être sérieusement endommagés en raison des contraintes de fatigue cumulatives liée à un cycle thermique constant. Ce problème est aggravé de façon significative par la différence de température à travers l'augmentation de coudes en U.

La figure est un exemple typique de la fatigue thermique. Les différences de température ont causé la flexion du tube, ce qui fait que les contraintes augmentent jusqu'à ce que la résistance à la traction du matériau soit dépassée et que les fissures apparaissent. La fissure se produisant le plus souvent



*Figure 3-8 : Rupture par fatigue thermique dans un secteur en U.*

radialement, et peuvent conduire à une rupture complète du tube. [64]

### 3.10 Calcul thermique de l'échangeur

Le but de ce calcul est de vérifier les performances d'un échangeur de type faisceau calandre disponible, en calculant sa surface d'échange, ses pertes de charge ainsi que son efficacité avec la méthode de moyenne logarithmique de la différence de température entre deux fluides.

### 3.10.1 Equation fondamentale et méthode de calcul

Ce calcul peut être traité par la méthode de Kern qui consiste à appliquer partiellement l'algorithme de design des échangeurs à faisceaux et calandre. La méthode de Kern est largement utilisée pour le design en raison de sa facilité d'application et de son calcul direct<sup>7</sup>.

Les lettres majuscules caractérisent le fluide chaud et les lettres minuscules celui froid, alors que les indices 1 et 2 correspondent respectivement à l'entrée et sortie.

M et m désignent les débits massiques horaires des fluides (kg/s) **T** et **t** désignent les températures des fluides (°C).

**C<sub>p</sub>** et **c<sub>p</sub>** désignent les chaleurs spécifiques des fluides (J/kg°C)

D'autre part, on peut appliquer l'équation de fourrier à l'ensemble de l'appareil :

$$Q=U.A. \Delta TLM$$

**A** : est la surface totale d'échange offerte par l'appareil.

**U** : est le coefficient de transfert de chaleur global.

**ΔT<sub>lm</sub>** : est la différence de température moyenne du fluide.

Pour un appareil donné dont la surface A est une caractéristique géométrique calculable, les valeurs des termes U et ΔTLM sont en fonction de la disposition interne des tubes, du nombre de passe et des caractéristiques de l'écoulement des fluides. La seconde restriction réside dans la validité de la relation précédente établie pour le cas des échangeurs tubulaire simple à Co-courant et contre-courant. En pratique, dans le cas d'échangeur moins simple que l'échangeur à double tube, la littérature (TEMA) notamment fournit une expression du flux thermique corrigée au moyen d'un facteur de correction F issu d'abaques. Il est en fonction de deux paramètres **P** et **R** qui caractérise l'échangeur étudié. L'expression du flux se met ainsi sous une forme générale :

$$P = \frac{T_2 - T_1}{t_1 - T_1} \quad (3-1)$$

$$R = \frac{t_1 - t_2}{T_2 - T_1} \quad (3-2)$$

On réserve la lettre **t** pour désigner la température du fluide circulant dans la calandre (froid) et la lettre **T** celle de fluide circulant dans les tubes (chaud). En fait, la grandeur **P** symbolise l'influence relative de l'écart de température global, Quant à **R** il représente le rapport des débits calorifique **C<sub>p</sub>** et **c<sub>p</sub>** respectivement côté tube et calandre.

### 3.11 Calcul de ΔTLM (la différence de température logarithmique moyenne)

**Calcul de ΔTLM** : le mode d'écoulement contre-courant

$$\Delta Tlm = \frac{\Delta T1 - \Delta T2}{\ln (\Delta T1 - \Delta T2)} \quad (3-3)$$

**Avec**

$$\Delta T1 = T1 - t2 \quad (3-4)$$

$$\Delta T2 = T2 - t1 \quad (3-5)$$

### 3.12 Calcul du coefficient d'échange global U

Le coefficient d'échange globale qui est nécessaire de connaître et dont la détermination se fait par le calcul de deux coefficient d'échange par convection  $h_c$  et  $h_f$ , respectivement du côté fluide chaud et froid. Pour un élément de tube de longueur  $dL$ , le flux de chaleur correspondant  $dQ$  s'écoulera en rencontrant cinq résistances :

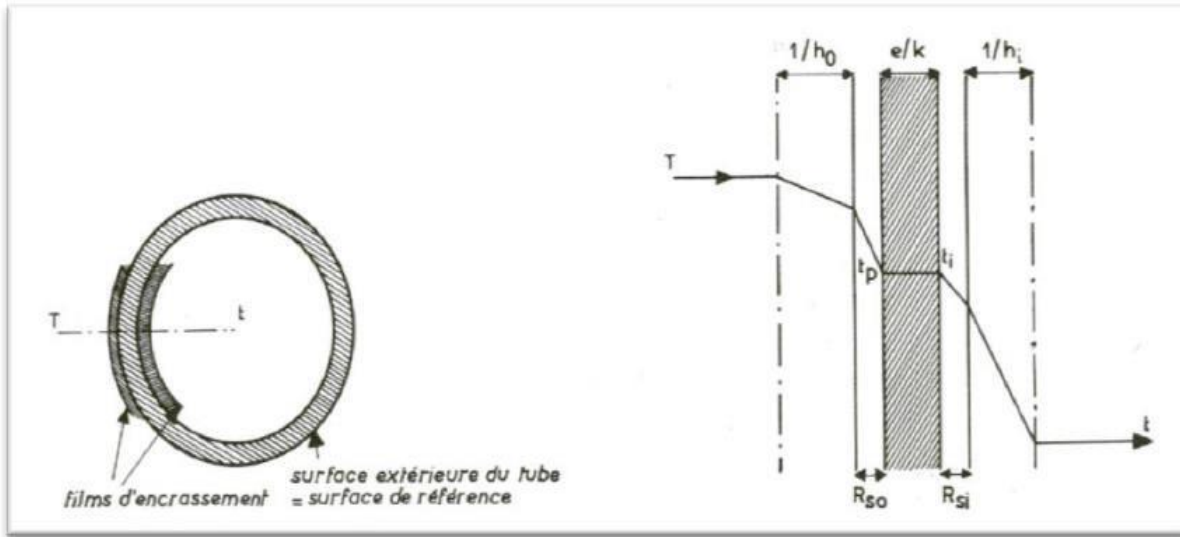


Figure V.7 : Résistance d'encrassement et d'écoulement au transfert.

Où :

- **Rf** : Résistance dans le fluide à l'extérieur du tube.
- **Ree** : Résistance due au film d'encrassement déposé sur l'extérieur du tube
- **Rt** : Résistance due à la paroi métallique du tube
- **Rei** : Résistance due au film d'encrassement déposé à l'intérieur du tube.
- **Rc** : Résistance dans le fluide à l'intérieur du tube.

$$\frac{1}{U_0} = \frac{1}{h_c} + R_{ee} + \frac{De \cdot \ln\left(\frac{De}{Di}\right)}{2 \cdot \lambda} + \frac{de \cdot R_{ei}}{di} + \frac{De}{ht \cdot Di} \quad \dots(3-6)$$

#### 3.12.1 Calcul des coefficients de convection coté tubes et calandre

- **Coefficient d'échange coté tube  $h_c$  (fluide chaud)**

Le coefficient de convection coté tube est calculé par

$$h_c = \frac{Nu \cdot \lambda}{Di} \quad \left(\frac{W}{m^2 K}\right) \quad (3-7)$$

- **La vitesse massique  $G_t$**

$$G_t = \frac{M}{At \cdot Nt} \quad \left(\frac{Kg}{sm^2}\right) \quad (3-8)$$

At : Section de passage.

Nt : nombre de tubes.

- Section de passage coté tube

$$At = \frac{\Pi}{4} \cdot (Di)^2 \cdot (m)^2 \quad (3-9)$$

- La vitesse linéaire

$$Vl = \frac{Gt}{P} \left( \frac{m}{s} \right) \quad (3-10)$$

- Nombre de Reynolds

$$Re = \frac{Di \cdot Gt}{\mu c} \quad (3-11)$$

Dans le régime turbulent  $Re > 10^5$  pour calculer le nombre de Nusselt on utilise l'équation suivante :

$$Nu = 0.023 \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{0.33} \quad (3-12)$$

- Nombre de Prandtl

$$Pr = \frac{\mu \cdot Cp}{\lambda} \quad (3-13)$$

### 3.12.1.1 Coefficient d'échange coté calandre hf (fluide froid)

Le coefficient de convection coté calandre est calculé par

$$hf = Nu \cdot \frac{\lambda f}{Deq} \left( \frac{W}{m^2 \cdot ^\circ C} \right) \quad \dots\dots\dots (3-14)$$

- La vitesse massique Gf

$$Gf = \frac{m}{Ac \cdot Nc} = \frac{m \cdot p}{Ac \cdot di} \left( \frac{Kg}{sm^2} \right) \quad (3-15)$$

- La section de passage entre les chicanes

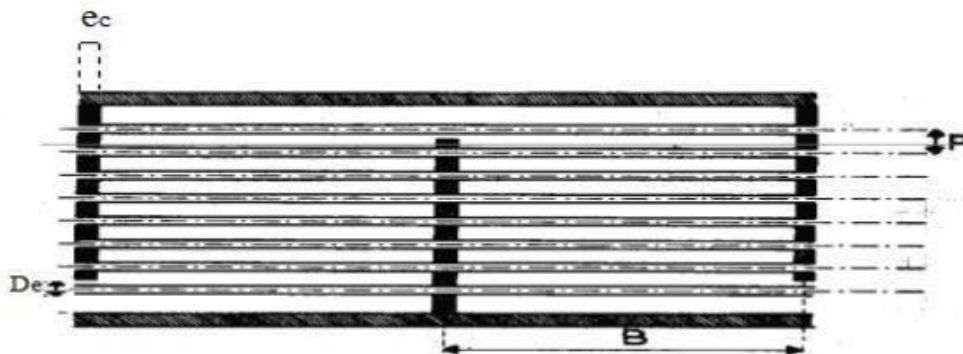


Figure 3-9 : Section de passage coté calandre.

## Chapitre 3 : Les échangeurs de chaleur

$$Ac = (p - De).(B - ec)(m^2) \quad (3-16)$$

- P : le pas triangulaire
- B : Espacement entre chicanes
- ec : Epaisseur des chicanes
- De : le diamètre extérieur des tubes :  $De = Di + 2ep$  (m)

➤ **La vitesse linéaire**

$$V_1 = \frac{Gf}{\rho f} \quad (3-17)$$

➤ **Nombre de Reynolds**

$$Re = \frac{Drq.Gf}{\mu f} \quad (3-18)$$

$$Drq = \frac{3.46p^2}{\pi De} - De \quad (3-19)$$

➤ **Nombre de Prandtl**

$$Pr = \frac{\mu f . Cp}{\lambda f} \quad (3-20)$$

➤ **Nombre de Nusselt**

Dans le régime turbulent  $Re > 10^5$  pour calculer le nombre de Nusselt on utilise l'équation suivante :

$$Nu = 0.36 * Re^{0.55} * Pr^{0.33} \quad (3-21)$$

➤ **Calcule la résistance thermique due au paroi métallique**

Vu que le métal utilisé au niveau des tubes c'est un acier au carbone de type **A 3341** suivant la norme ASME, la résistance due au métal est calculée par :

$$Rt = \frac{De.Ln\left(\frac{De}{Di}\right)}{2.\lambda} \quad (3-22)$$

➤ **Coefficients d'échanges thermique globale**

On a vu que, après un certain temps d'utilisation, il se produit des dépôts à l'intérieur et à l'extérieur des tubes et que ces dépôts constituent des résistances  $R_{si}$  et  $R_{se}$  au transfert de chaleur, de sorte que le coefficient de transfert global  $U_p$  diminue. Dans ces conditions, la surface  $A_p$  devient très rapidement insuffisante pour assurer l'échange  $Q$ . il est donc indispensable de calculer la surface de l'échangeur pour la valeur minimale admissible du coefficient de transfert quand l'échangeur est sale.

### 3.12.2 Le flux de chaleur échangé

$$Q = MC_p \Delta T = m c_p \Delta T \quad (3-23)$$

### 3.12.3 Calcul de la surface d'échange

$$A = \frac{Q}{F.U.\Delta T Lm.} \quad (3-24)$$

### 3.12.4 Calcul Perte de la charge de l'échangeur

Les deux fluides qui traversent l'appareil s'écoulent sous l'effet d'un potentiel mesuré par la différentielle de pression  $\Delta P$  entre l'entrée et la sortie et que l'on appelle la perte de charge. La valeur de cette perte de charge est fonction de la vitesse de circulation des fluides et leurs caractéristiques physiques : densités et viscosités, ainsi que de la géométrie de l'appareil. La dualité transfert de chaleur perte de charge est marquée par le fait que l'accroissement du nombre de Reynolds provoque simultanément une augmentation du transfert et de la chute de pression. Il est d'usage courant de considérer en première approximation qu'on devra limiter la perte de charge à une valeur inférieure à  $1 \text{ kg/cm}^2$  pour les appareils industriels travaillant sur le refoulement de pompes. Par contre, lorsque la circulation se fait naturellement, la perte de charge maximale est imposée par la hauteur hydrostatique disponible à l'entrée de l'appareil.

#### 3.12.4.1 Perte de charge à l'intérieur des tubes

L'étude fondamentale de l'écoulement des fluides a permis d'établir la formule connue sous le nom d'équation de Fanning, valable en régime isotherme pour une longueur droite  $L$  de tuyauterie, de diamètre  $D_i$  :

$$\Delta P_t = \frac{f \cdot G_t^2 \cdot L}{D_t \cdot \rho c} \quad (3-25)$$

Avec :

- $\Delta P_t$  : perte de charge coté tubes.
- $G_t$  : vitesse massique coté tube en  $\text{kg/s.m}^2$ .
- $L$  : la longueur parcourir par le fluide à l'intérieur des tubes.
- $F$  : coefficient de friction, sans dimension, en fonction de nombre de Reynolds.

La valeur du coefficient de friction  $f$  en fonction du nombre de Reynolds est donnée par les expressions suivantes.

Régime laminaire :  $Re < 2100$  :  $f = \frac{32}{Re}$  (3-26)

Régime turbulent :  $Re > 2100$

- ✓ Tube lisse d'échangeur

$$f = 0.0028 + 0.25 * Re^{-0.32} \quad ..( 3-27)$$

- ✓ Tube rugueux

$$f = 0.007 + 0.528 * Re^{0.42} \quad ..( 3-28)$$

La perte de charge totale rencontrée par le fluide à l'intérieur des tubes s'écrira donc :

$$\Delta P_t = \frac{ntG_t^2}{\rho} \cdot \left( f_t \cdot \frac{L}{D_i} + 2 \right) \quad ..( 3-29)$$

Le premier terme correspond aux pertes de charge à l'intérieur des tubes, pour le second terme correspond aux pertes de charge dues aux circulations du fluide dans les boîtes de distribution et de retour.

#### 3.12.4.2 La perte de charge à l'extérieur des tubes (coté calandre)

Les facteurs caractérisant l'écoulement dans la calandre sont très nombreux, le courant principale du fluide s'écoule tantôt perpendiculairement au faisceau, tantôt parallèlement, au travers d'une section de

passage constamment variable. Les tolérances de construction introduisent, en outre, des courants secondaires de fuite qui ont d'autre plus d'importance que le diamètre de la calandre est petite.

A l'usage, ces courants secondaires peuvent se développer ou se réduire selon qu'il y a érosion ou colmatage des jeux entre les divers éléments.

Le coefficient de friction est donné en fonction de  $Re$  et la distance parcourue par le fluide est égale à  $(N_c+1).D_c$ .

La perte de charge est calculée par l'équation de Fanning

$$\Delta P_c = \frac{f_t G t^2 (N_c+1) D_c}{\rho f . D_{eq}} \quad (3-30)$$

**Avec :**

**$D_c$  :** diamètre de la calandre.

**$D_{eq}$  :** le diamètre équivalent de la calandre.

**$f$  :** facteur de friction, pour une surface rugueuse

$$f = 0.007 + 0.528 * Re^{-0.42}$$

### 3.12.5 Efficacité de l'échangeur

Pour caractériser les performances d'un échangeur, la démarche la plus naturelle paraît être de comparer sa puissance thermique avec le flux maximum précédemment défini. On appelle "efficacité thermique"  $E$  de l'échangeur le rapport, qui est évidemment sans dimension :

$$E = \frac{Q}{Q_{max}} \quad (3-31)$$

Avec :  $0 < E < 1$

**$Q_{max}$  :** prendre la valeur tout au long de l'échangeur.

$$Q_{max} = (mC_p)_{min} . (T_e - t_e) \quad (3-32)$$

## 3.13 Conclusion

Les échangeurs de chaleur sont des équipements très importants dans le processus de traitement de gaz naturel. Ils sont destinés pour réchauffer ou refroidir un fluide au moyen d'un autre fluide circulant à une température différente.

Les différents constituants de l'échangeur tubulaire et calandre à plaques fixes sont deux plaques tubulaires, les tubes, une calandre, les chicanes, les tirants et entretoises...



***Chapitre 4 : Travail***  
***expérimental***

## 4 Travail expérimental

### 4.1 Introduction :

Dans cette partie, nous donnerons une brève description des méthodes expérimentales utilisées dans notre travail. Nous commencerons par le dispositif utilisé pour la Caractérisation microstructurale, la Caractérisation mécanique et la Caractérisation électrochimique.

L'objectif de nos travaux est d'étudier la corrosion sous contrainte de l'acier 316L dans différents milieux. Et présenté les différentes méthodes de caractérisation mécaniques et électrochimique du matériau.

Pour ce faire, nous avons effectué une étude sur :

- Le comportement électrochimique de notre matériau en absence de contrainte  $\sigma = 0$ .
- Son comportement électrochimique en présence d'une contrainte constante  $\sigma = \text{Constante}$  (essai de corrosion sous contrainte).
- Son comportement électrochimique en présence d'une contrainte constante  $\sigma = \text{Constante}$  dans un milieu agressif (essai de corrosion sous contrainte).

### 4.2 Echantillonnage :

Notre travail se faire sur trois type d'échantillon

Ech01 : le matériau de référence sans contrainte appliquée.

Ech02 : T° amb,  $\sigma = 210 \text{ MPa}$  ( 192 h)

Ech03 : T° amb,  $\sigma = 210 \text{ MPa}$ , 2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0.5 M NaCl ( 192 h)

### 4.3 État brut

Le matériau ayant servi aux expériences de la présente étude, est un acier inoxydable austénitique, il est utilisé dans les produits tubulaires des champs pétroliers, fabriqué (sans soudure). Au départ, le matériau était dans un faisceau tubulaire.

Par la suite, l'échantillonnage s'est fait de la manière suivante : l'acier a été découpé à froid sous forme d'anneaux, il est ensuite coupé par scie mécanique manuelle sous forme de petits cubes. La composition chimique est donnée dans le tableau 3.1.

Tableau 4-1: composition chimique de l'acier étudié.

	C	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	Cu
316L	0,029	0.04	0.62	1.85	12,5	16.85	2.67	0.032	0.04

### 4.4 Caractérisation microstructurale :

L'étude métallographique consiste en l'observation au microscope d'échantillons convenablement préparés, elle permet la détermination de la taille, la structure et l'orientation des cristaux du métal. Grâce à de telles observations, on peut fréquemment identifier notre matériau et découvrir d'éventuelles impuretés.

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes :

- ❖ Le prélèvement de l'échantillon.
- ❖ L'enrobage.
- ❖ Le polissage.
- ❖ L'attaque révélatrice de la micro structure.
- ❖ Et après on observe en utilisant un microscope métallographique.

### 4.4.1 Le prélèvement de l'échantillon :

Il est tout d'abord nécessaire de souligner l'importance du prélèvement de l'échantillon. En effet, une étude microstructurale n'a de valeur que dans la mesure où l'échantillon représente bien l'ensemble d'où il provient, tant par sa composition chimique que par ses caractéristiques physiques. De plus, il faut considérer deux problèmes liés à ce prélèvement :

- ❖ L'emplacement, permettant de montrer au mieux la microstructure du matériau que l'on désire étudier.
- ❖ Le mode de prélèvement, évitant toute modification de la microstructure (par ex. recuit dû à une surchauffe du matériau durant la découpe de l'échantillon).

Nous avons prélevé l'échantillon manuellement en utilisant une scie à métaux cette opération est très importante, en vue de l'examen métallographique, car elle détermine la zone exacte qui doit être contrôlée.

Lors de l'étape du découpage, il est impératif de ne pas détériorer ou modifier la structure du matériau à examiner par échauffement local, la raison pour laquelle, l'utilisation d'un lubrifiant est primordiale.

### 4.4.2 L'enrobage :

Après le prélèvement de l'échantillon, et au vue de sa taille relativement petite, on effectue un enrobage au moyen de résine ou d'un polymère renforcé, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage.

L'enrobage d'un échantillon métallographique dans une résine a pour but :

Lors d'un polissage manuel : faciliter la préhension de l'échantillon,

Lors d'un polissage automatique : réunir plusieurs échantillons dans un Porte-échantillon dans des conditions optimales de serrage.

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage.

Le choix d'une résine adaptée à la dureté du matériau à polir rendra possible l'examen de la périphérie de l'échantillon.

Il existe différents modèles de résines, adaptés aux deux types d'enrobage :

- L'enrobage à froid : est caractérisé par la rapidité d'exécution.
- L'enrobage à chaud

### Enrobage à froid :

Dans ce type d'enrobage, tel que son nom l'indique, en absence de chauffage, on place plutôt l'échantillon dans un moule qu'on remplit de résine en poudre à laquelle on ajoute du liquide afin d'obtenir une solution visqueuse qui durcit en se refroidissant.

### 4.4.3 Le polissage :

Il est réalisé à l'aide d'une polisseuse ; le polissage proprement dit a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon, dont la microstructure pourrait être non représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...). Il s'effectue généralement en deux étapes :

❖ La première étape :

Pré polissage ou dégrossissage, consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers (à gros grains) recouverts de poudre abrasive (Si C, corindon...) de granulométrie décroissante (typiquement de

150 à 15 $\mu$ m) ; pendant cette opération on doit minimiser les dommages mécaniques causés par le tronçonnage, et qui devront être éliminés lors de la deuxième étape.

❖ La seconde étape :

Appelée polissage fin, il est effectué à l'aide d'un drap contenant une pâte de diamant dont les particules ont un diamètre de 1 à 10  $\mu$  m.

Pour ces deux stades, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. Le rinçage de l'échantillon, est requis à chaque changement de papier ou de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie.

### 4.4.4 L'attaque chimique :



*Figure 4-1: La polisseuse utilisée au niveau du laboratoire métallurgique.*

L'attaque a pour but de révéler les joints de cristaux, et de différencier les constituants de l'alliage. La méthode la plus répandue consiste à tremper la face de l'échantillon à attaquer dans un réactif choisi pendant un temps convenable. L'attaque aura lieu généralement à la température ambiante.

Le réactif réagit de diverses façons ; il peut dissoudre certains constituants qui perdront donc leur poli, et ne réfléchissant plus la lumière, apparaîtront en noir au microscope ; il peut agir par dissolution préférentielle des grains, selon leur orientation cristalline ; il peut colorer diversement certains constituants ; il peut produire un dépôt à la surface de certaines phases ; enfin il peut agir sur les joints entre les cristaux.

Les réactifs utilisés sont des solutions aqueuses ou alcooliques suffisamment diluées afin que l'attaque soit lente.

Les attaques chimiques utilisées dans cette partie pour révélation des différentes phases sont mentionnées au tableau suivant [18].

## Chapitre 4 : Travail expérimental

Tableau 4-2: Différentes attaques chimiques utilisées pour révélation des phases en observation au microscope optique [18]

Nom	Composition	Technique d'attaque
Villela	1 g Acide picrique ( $C_6H_3OH(NO_2)_3$ ) 5 ml HCl 100 ml Ethanol ( $C_6H_6OH$ )	Par immersion 60s et 120 s Révélé la martensite
Kalling	5g $CuCl_2$ 100ml HCl 100ml Ethanol	Par immersion Résultat après 30- 120 S Martensite sombre, l'austénite non attaquée
Marbles	4g $CuSO_4$ 20ml HCl 20ml $H_2O$	Par immersion pendant 2s
L'acide oxalique	10g acide oxalique Dilué dans eau distillé	10g acide oxalique

L'attaque de l'échantillon poli, demande à être soigneusement chronométrée ; le temps d'attaque, très variable, varie de quelques secondes à plusieurs minutes et se détermine par l'expérience.

L'attaque doit être autant plus légère que le grossissement utilisé est grand, en raison de la diminution de la profondeur du champ du microscope.

Un polissage défectueux, correspond à une attaque plus violente du réactif, donc on réalisera une durée moindre que pour un échantillon parfaitement poli.

Pour arrêter l'attaque, nous avons lavé, soigneusement dans un courant d'eau, et nous avons séché, dans un jet d'air sous pression, ou par lavage à l'alcool suivi d'un séchage à air chaud.

### 4.5 Caractérisation microscopique

Nous avons utilisé, le microscope optique de type Leica, pour la caractérisation de notre échantillon, sachant que, le microscope optique ou microscope photonique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (ce qui caractérise son grossissement), et de séparer les détails de cette image (et son pouvoir de résolution), afin qu'il soit observable par l'œil nue. Il est utilisé en métallurgie et en métallographie pour examiner, la structure d'un métal ou d'un alliage.

Les divers constituants de la microstructure reflètent la lumière d'une façon différente, et peuvent ainsi offrir une micrographie à des grossissements de x50 à x500 à l'aide d'un microscope optique, ce dernier, fournit des informations telles que, la nature des constituants et la taille des grains.

### 4.6 Caractérisation mécanique



Figure 4-2 : microscope optique de type Leica.

Les propriétés mécaniques des métaux et alliages sont d'un grand intérêt puisqu'elles conditionnent non seulement les problèmes de mise en forme des matériaux mais également leur comportement en service dans des applications industrielles extrêmement diversifiées, il est donc nécessaire de mesurer ces grandeurs physiques par des essais. Effectués au niveau du Laboratoire Génie des Matériaux de l'EMP les essais mécaniques ont apporté des renseignements précis et fiables sur les performances de l'acier 316L.

Dans le domaine pétrolier on s'intéresse essentiellement aux trois principaux essais : Résilience, dureté et traction.

#### 4.6.1 Essai de traction

Il s'agit d'un des essais les plus pratiqué et qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité ( $R_e$ ), résistance à la traction ( $R_m$ ), allongement à la rupture notamment ( $\Delta l$ ).

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction généralement jusqu'à rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. On impose en général une déformation croissante à une éprouvette sur laquelle on a tracé deux repères initialement distants de  $L_0$  (figure3.1), et on mesure simultanément l'effort  $F$  et l'allongement ( $L-L_0$ ). Où :

$L_0$  : la longueur initiale entre repère

L : longueur total de l'éprouvette.

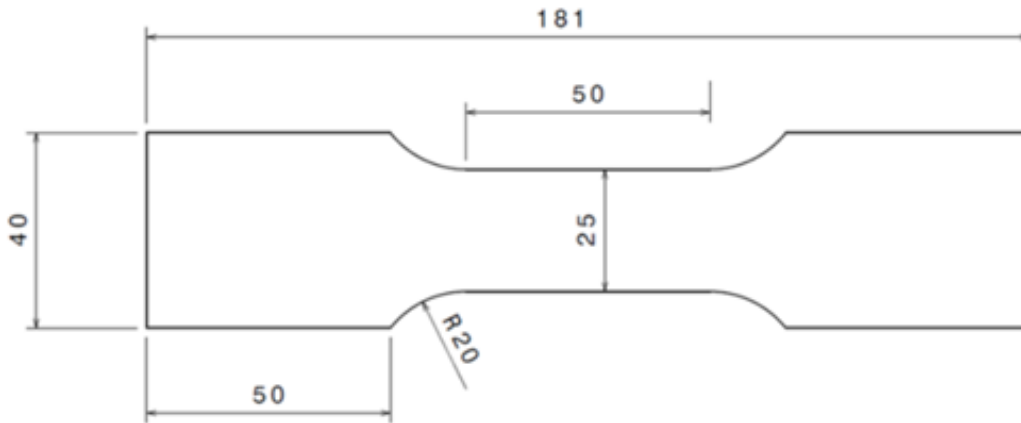


Figure 4-3 : démentions de l'éprouvette de traction.

### 4.6.2 Essai de dureté

L'essai de dureté a pour but de déterminer la dureté superficielle des métaux. Il consiste à enfoncer un pénétrateur, dont les formes et les dimensions varient en fonction du type d'essai, dans le métal à tester. La charge est constante et on mesure la surface ou la profondeur de l'empreinte laissée dans le matériau. L'empreinte sera d'autant plus importante que le matériau sera mou.

On distingue trois principaux essais :

- ❖ Les essais Brinell (HB) ;
- ❖ Les essais Rockwell (HR) ;
- ❖ Les essais Vickers (HV) ;

Dans le cas de notre étude, l'essai Vickers a été utilisé.

Parmi les essais mécaniques souvent utilisés, nous citons la micro dureté Vickers (HV).

Cet essai est destiné à vérifier la dureté superficielle d'une pièce, il consiste à indenter la surface de la pièce à tester à l'aide d'un pénétrateur pyramidal à base carrée (dureté Vickers), sur lequel on applique une charge connue. La mesure de l'aire de l'empreinte, rapportée à la charge appliquée, permet de déduire la dureté.

## Chapitre 4 : Travail expérimental

Pour les mesures, nous avons utilisé un microduromètre, qui se trouve au niveau du Laboratoire Génie des Matériaux de l'EMP, est constitué essentiellement d'une machine d'essai de type « HWDM1 » reliée à un ordinateur avec un logiciel d'acquisition d'image "C.A.M. S".



Figure 4-4 : Microduromètre.

En appliquant une charge normale de 1 Kgf pendant 15 secondes, le pénétrateur de type Vickers en diamant laisse une empreinte carrée dont il faut mesurer la longueur de la moyenne des deux diagonales ( $d_1$  et  $d_2$ ) de l'empreinte et appliquer la loi :

$$HV = \frac{1854.4 * F}{d^2}$$

Avec : F la charge appliquée et  $d_{moy} = \frac{d_1 + d_2}{2}$  [19].

### 4.7 Caractérisation électrochimique :

Le dispositif utilisé pour le tracé des courbes est constitué d'un montage classique à trois électrodes comprenant une électrode de travail, une électrode de référence et une contre-électrode, l'électrode de travail est l'électrode sur laquelle s'effectue la mesure d'impédance. L'électrode de référence permet la mesure du potentiel dans la cellule, on utilisera dans ce travail l'électrode au calomel saturé (ECS).

La contre-électrode est une électrode en platine de taille suffisante pour que la contre-réaction puisse se dérouler sans perturber le système. Le montage composé aussi d'un potentiostat, d'un générateur programmant l'évolution du potentiel en fonction du temps et d'un enregistreur. La mesure du potentiel est effectuée à l'aide d'un millivoltmètre à haute impédance par rapport à l'électrode de référence.



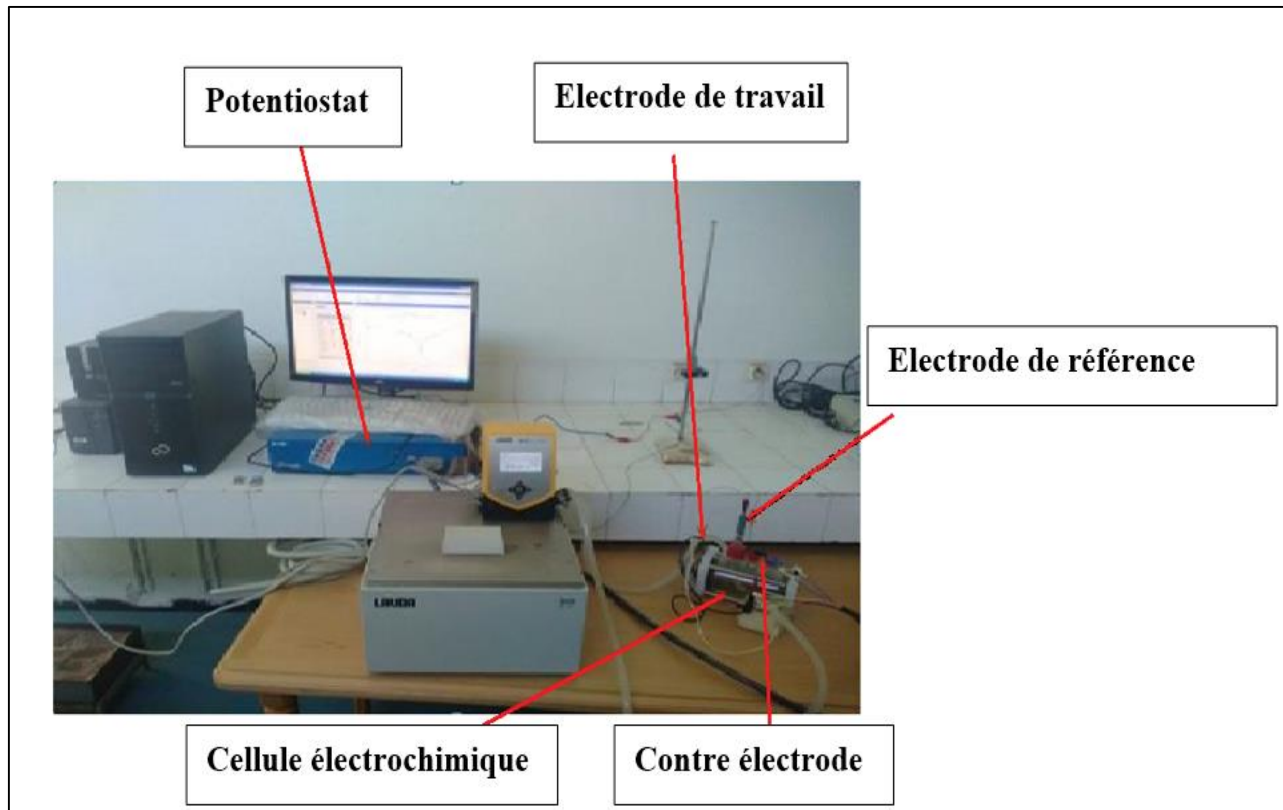


Figure 4-5 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures électrochimiques.

Pour déterminer le comportement électrochimique de notre matériau, nous avons effectué des essais de polarisations dans deux milieux corrosifs qui ressemblent au milieu pétrolier.

Les électrodes sont placées dans la solution d'électrolyte, le principe est d'appliquer un potentiel électrochimique entre différentes électrodes et déduire à partir du potentiostat le courant relatif au potentiel appliqué. Cette technique permet de déterminer un certain nombre de grandeurs, tels que le taux et le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$  de notre acier par rapport au milieu agressif considéré. Figure 3.2).

### Les Electrodes

Nous avons utilisé trois types d'électrodes :

**a. Electrode de travail (ET) :** C'est une électrode en plaques d'acier inoxydables austénitiques (notre échantillon). Elle représente la surface d'étude dont on veut connaître les caractéristiques sont effectués.

**b. Electrode de référence (ER) :** Cette électrode possède un potentiel spécifique et constant, ce qui permet d'imposer un potentiel précisément défini à l'électrode de travail. L'électrode de référence que nous avons utilisée pour mesurer la tension de l'électrode de travail est une électrode au calomel saturée (ECS) :  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}_{\text{sat}}$ ,  $E_{\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}} = + 0.245 \text{ V/ENH}$ . C'est une électrode de mercure (Hg) enrobée de calomel ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ), difficilement soluble en contact avec une solution saturée de KCl.

**c. La contre électrode (CE) :** La contre électrode est un conducteur qui ferme le circuit de la cellule et permet la circulation du courant électrique dans l'électrode de travail à travers la solution. Elle est en général en métal inerte comme le platine et le graphite. Dans notre cas, nous avons utilisé une feuille de platine d'une surface d'environ  $3\text{cm}^2$ . Les électrodes sont reliées directement avec le potentiostat-galvanostat de type VOLTALAB PGZ 301 piloté par un microordinateur qui enregistre les données et

## Chapitre 4 : Travail expérimental

on peut ainsi reconstituer les courbes du dépôt pour les deux techniques électrochimiques utilisées à savoir la voltampérométrie cyclique et chronoampérométrie. La figure II.1 illustre ce montage expérimental.

### 4.8 Solutions de travail

Nous avons choisi, trois solutions de façon à approcher le maximum possible de conditions agressives du milieu pétrolier.

Les solutions choisies sont les suivantes :

- Solution H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (2M)
- Solution NaCl (0.5M)
- Solution [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (2M) + NaCl (0.5M)]

#### Préparation de la solution H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (2M)

L'électrolyte est préparé à partir d'une solution mère d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de volume  $V_0 = 2.5L$  dont la composition est :

Pureté	Masse molaire (g/mol)	Densité
98%	98.08	1.84

Nous avons utilisé une cellule électrochimique de 200 ml de volume de la solution (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 2M) agitée, aérée et préparée comme suit :

Solution mère	Solution diluée
$V_1 = ?$ $M_1 = ?$	$M_2 = 2M$ $V_2 = 200 \text{ mL}$

▪ Calcul du volume prélevé  $V_1 : d = \frac{\rho_{H_2SO_4}}{\rho_{eau}} = \frac{\rho_{H_2SO_4}}{1000} \quad (4-1)$

$$\rho_{H_2SO_4} = 1000 * d = 1000 * 1.84$$

$$\rho_{H_2SO_4} = \frac{1840g}{L}$$

Donc, il y'a 1840g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dans 1L de solution

$$\rho = 98.08 \leftrightarrow \rho * \%p = 1840 * 0.9808 = 1769.9 \frac{g}{L} \text{ de H}_2\text{SO}_4$$

▪ Calcul de la molarité :

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{n * M}{v} = \frac{C * V * M}{v} = C * M \quad (4-2)$$

$$\text{La molarité} = C = \frac{\rho}{M} = \frac{1769.9}{98.08} = 18.04 \text{ mol/L}$$

$$V_1 = \frac{M_2 \cdot V_2}{M_1} = \frac{2 \cdot 200}{18,08} = 22,12 \text{ mL}$$
$$V_1 = 22,12 \text{ mL}$$

Donc le volume de la solution mère à diluer est de 22.12 mL. Donc on prend 22.12 mL de solution mère et on ajoute l'eau jusqu'à 200mL.

### Préparation de la solution NaCl (0.5M)

La concentration molaire d'une espèce chimique en solution est égale à la quantité de matière de cette espèce présente dans 1 litre de solution.

La concentration molaire d'une espèce chimique A se note [A] ou  $C_A$ .

Elle s'exprime en  $\text{mol.L}^{-1}$ . Si l'on note  $n_A$  la quantité de matière de l'espèce chimique A et V, le volume de solution, la concentration molaire en solution de la solution est :

$$C_A = n_A / V \quad (4-3)$$

Avec  $C_A$  en  $\text{mol.L}^{-1}$  ;  $n_A$  en mol et V en L

2) Quantité de matière de chlorure de sodium dans la solution:

$$n = C(\text{NaCl}) \cdot V = 0,50 \times 1 = 5,0 \times 10^{-1} \text{ mol}$$

3) Calcul de la masse de chlorure de sodium

$$m = n \cdot M(\text{NaCl}) = 5,0 \times 10^{-1} \times 58,44 = 29,22 \text{ g}$$

Pour préparer un volume  $V = 1000 \text{ mL}$  de concentration molaire  $C(\text{NaCl}) = 0,50 \text{ mol.L}^{-1}$  par dissolution du chlorure de sodium solide, il faut :

- Peser à l'aide d'une balance électronique la masse  $m = 29,22 \text{ g}$  de solide dans une coupelle.
- Introduire le solide dans une fiole jaugée de volume  $V = 1000 \text{ mL}$  et rincer la coupelle à l'eau distillée.
- Ajouter de l'eau distillée aux  $\frac{3}{4}$ . Boucher et agiter pour dissoudre tout le solide.
- Compléter d'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Boucher, agiter pour homogénéiser.

### Préparation de la solution [(H2SO4, 2M), (NaCl,0.5M)]

La solution est constituée de 200 ml de la solution H2SO4 et 200ml de la solution NaCl.

## 4.9 Électrode de travail

Nous avons préparé deux types d'électrodes, électrode déformée à l'air et électrode déformée dans une solution 2 M H2SO4 + 0.5 M NaCl de même durée pour les essais de corrosion sous contrainte :

### Préparation des électrodes

- ❖ Nous avons découpé les échantillons à l'aide d'une scie à métaux
- ❖ Nous avons déformé l'échantillon par application d'une contrainte constante à l'aide d'une machine à traction.
- ❖ Nous avons effectué un polissage.

## 4.10 Analyse électrochimique

### 4.10.1 Méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques utilisées, permettant l'étude du phénomène de corrosion, peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes stationnaires et les méthodes transitoires.

Les techniques électrochimiques constituent une méthode plus complète puisqu'elles étudient la base même du phénomène de corrosion et le processus électrochimique. L'aspect quantitatif de ces techniques (courbe de polarisation à vitesse de balayage modérée, spectroscopie d'impédance électrochimique,) permet d'accéder à des vitesses de réactions et des valeurs de paramètres physiques décrivant l'état du système (capacité de double couche, résistance de transfert de charges, capacité de film,...).

#### a. Mesure de potentiel de corrosion au cours de temps (chronopotentiométrie)

La chronopotentiométrie consiste à mesurer la variation du potentiel avec le temps à un courant nul. Le potentiel mesuré est appelé potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) ou potentiel d'abandon dans le cas d'une électrode métallique oxydable. A l'aide des diagrammes de

Pourbaix et du potentiel de l'électrode pour un pH donné, il est possible d'identifier le processus qui se déroule à la surface ; corrosion ; passivation ou immunité [2].

Elle indique le type de l'inhibiteur (anodique-cathodique) suivant le sens de déviation du potentiel par rapport au potentiel mesuré en l'absence d'inhibiteurs. Si une substance est ajoutée en faible quantité dans un milieu agressif, et si cette substance fait diminuer uniquement la vitesse de réaction cathodique, elle est appelée inhibiteur cathodique. Elle se caractérise par un déplacement de potentiel vers des valeurs plus négatives. Au contraire, si un composé ajouté à une faible quantité ralentit uniquement le processus anodique, c'est un inhibiteur anodique.  $E_{corr}$  se déplace vers des valeurs plus positives. Si l'inhibiteur a un caractère mixte, aucune indication n'est donnée par la faible variation du potentiel.

#### b. Tracé des courbes intensité-potentiel (courbes de polarisation)

Cette méthode consiste à imposer à l'électrode de travail un potentiel variant linéairement dans le temps à partir d'une valeur initiale (généralement  $E_{i=0}$ ) et à enregistrer la réponse en courant. On obtient ainsi des courbes de polarisation  $i=f(E)$  renseignant sur les processus électrochimiques mis en jeu.

La tension  $E$  mesurée contient, outre la tension  $V$  qui existe entre l'électrode de travail et la référence, un terme  $R_e.I$  dû à la chute ohmique provoquée par la résistance de l'électrolyte compris entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. La tension  $E$  s'écrit comme suit [3] :

$$E=V+R_eI \quad (4-4)$$

$R_e$ : résistance de l'électrolyte( $\Omega$ )

$I$  : intensité de courant (A)

$V$  : tension de l'électrode de travail (V)

La chute ohmique est minimisée en plaçant dans la cellule d'électrolyse l'électrode de référence approximative proche ( $\approx 2\text{mm}$ ) de l'électrode de travail.

La mesure de  $I$  est effectuée et donner en fonction de  $E$  par un balayage de  $E$  en fonction de temps, suivant la relation linéaire :

$$E = E_0+V_b t \quad (4-5)$$

$E_0$  : potentiel initial (V)  $V_b$  : vitesse de balayage (V/s)  $t$  : temps (s)

## Chapitre 4 : Travail expérimental

Cette méthode permet de déterminer d'une façon précise les paramètres électrochimiques d'un métal au contact d'un électrolyte, à savoir : la densité de courant ( $I_{\text{corr}}$ ), le potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ), les pentes de Tafel ainsi que la résistance de polarisation ( $R_p$ ).

Pour déterminer expérimentalement ces paramètres, une présentation logarithmique de la densité de courant est en général préférable, car elle met en évidence la relation linéaire entre le logarithme de la densité de courant et le potentiel (fig. 4-6).

Elle permet de confirmer les indications données par l'évolution du potentiel de corrosion et de les préciser en distinguant l'influence de l'inhibiteur sur chacune des réactions élémentaires, anodique et cathodique à l'électrode.

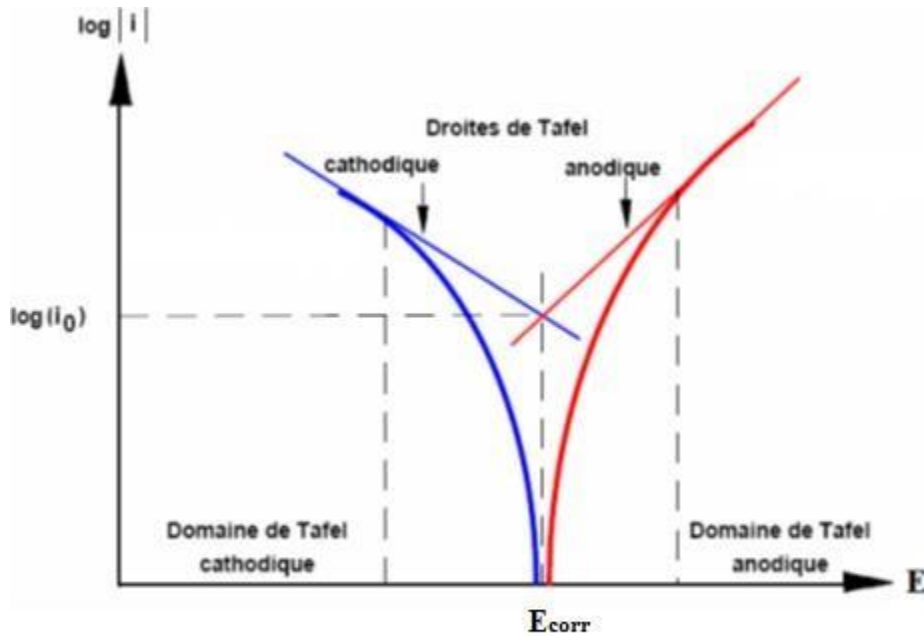


Figure 4-6 : .Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel.

Il faut toutefois rappeler que [4] :

- Les conditions d'adsorption de l'inhibiteur à la surface peuvent être modifiées par une polarisation croissante de l'électrode : le taux de recouvrement peut varier avec le potentiel appliqué, l'inhibiteur peut se résorber à un certain potentiel, etc. L'interprétation de la courbe  $I=f(E)$  doit être faite en tenant compte de ces possibilités.
- Le courant mesuré en présence d'inhibiteur dépend de la surface géométrique de l'échantillon et ne donne pas nécessairement la densité de courant de dissolution vraie du métal, en particulier si l'adsorption de l'inhibiteur conduit à une localisation du processus de corrosion (taux de recouvrement  $\theta$ ).

Ces techniques stationnaires restent toutefois insuffisantes pour caractérisation des mécanismes complexe, mettant en jeu plusieurs étapes réactionnelles et ayant des cinétiques caractéristiques différentes (ce qui est le cas lors des processus d'inhibition).

L'utilisation des techniques transitoires devient alors indispensable.

❖ **Calcul du potentiel d'abandon**

Avant d'aborder les essais de polarisation, nous avons mesuré le potentiel à l'abandon « potentiel a I=0 » des différents échantillons, pour cela, on a immerger l'échantillon à étudier dans les trois solutions de (NaCl, 3g/l) pendant une durée puis enregistrer le potentiel d'abandon (sans application de potentiel), afin de fixer l'intervalle de balayage du potentiel.

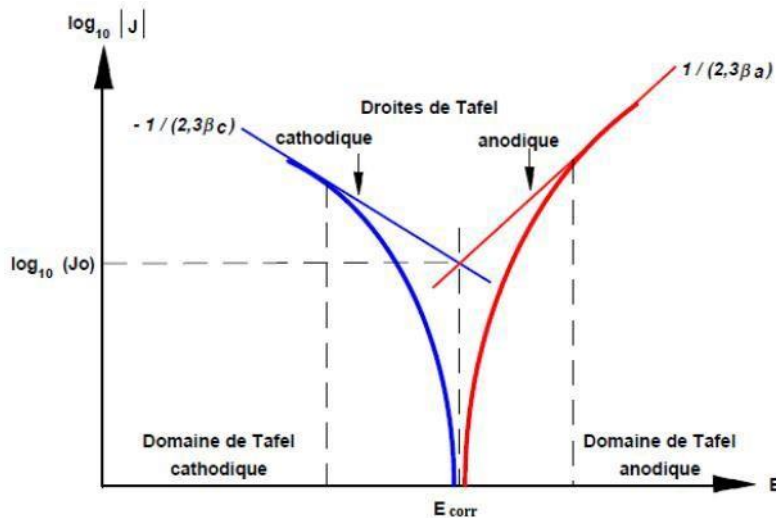
❖ **Méthode de polarisation**

Elle est basée sur la variation du potentiel d'électrode lorsque, celle-ci, est le siège d'un processus anodique ou cathodique. L'équation de Botler- Volmer établit une relation entre la densité de courant et le potentiel d'électrode. Les courbes  $I= f(E)$  appelées aussi courbes de polarisation globale ou courbes potention-dynamiques. Elles sont obtenues, en faisant varier de façon continue le potentiel appliqué à l'électrode de travail depuis le domaine cathodique (Valeur négative du potentiel) jusqu'au domaine cathodique et en enregistrant pour chaque valeur de potentiel, la valeur de la densité de courant correspondant.

$$i = i_0 \left[ \exp\left(\alpha \frac{zF}{RT} \eta\right) - \exp\left(- (1-\alpha) \frac{zF}{RT} \eta\right) \right] \quad (4-6)$$

❖ **Les droites de TAFEL**

Le tracé des droites de TAFEL, est effectué loin de l'équilibre. Si nous traçons  $E= f(\log(i))$  dans un repère semi logarithmique, nous mettons en évidence des droites correspondant à  $\eta_a$  et  $\eta_c$  dont les pentes sont  $\beta_a$  et  $\beta_c$ . En rabattant le demi plan  $(E, i_c)$  sur le demi plan  $(E, i_a)$  ; nous obtenons l'intersection des droites de TAFEL donnant  $i_{corr}$  et  $E_{corr}$  figure 3.3.



*Figure 4-7 : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel[20].*

**Figure 3.3** : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel[20].

❖ **Méthode de la résistance de polarisation**

C'est une autre technique de détermination de la densité de courant de corrosion. La mesure de la résistance de polarisation consiste à faire un balayage de quelques millivolts autour du potentiel de corrosion et de déterminer le courant correspondant, elle est déterminée par la relation :

$$(dE/di)_{i=0}$$

Si on connaît les valeurs des coefficients de Tafel et on mesure la résistance de polarisation on peut déterminer, la densité de courant de corrosion par la relation dite de Stern et Geary :

$$i_{corr} = \frac{1}{2.3 R_p} \left( \frac{b_a b_c}{b_a + b_c} \right) \quad (4-7)$$

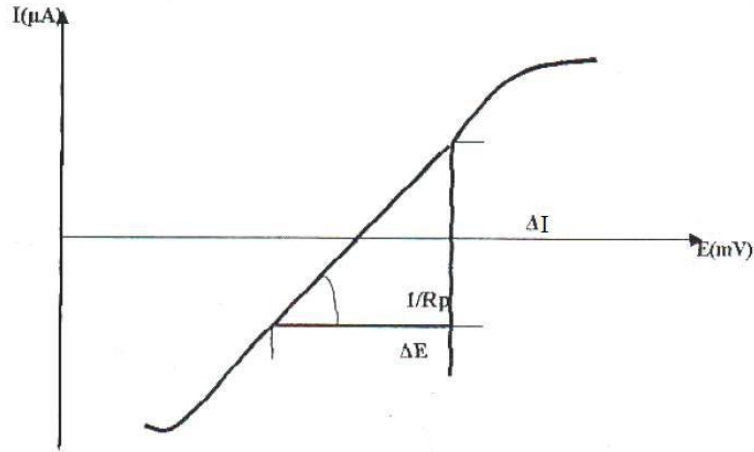


Figure 4-8 : Technique de la mesure de la résistance de polarisation.

❖ **Calcul des vitesses de corrosion**

La connaissance de la vitesse de corrosion permet d'accéder directement à la durée de vie de notre échantillon, elle est déterminée par la relation suivante :

$$V_{corr} = \frac{\Delta e}{\Delta t} = \frac{M_{eq} i}{n F \rho_{eq}} \quad (4-8)$$

- Calcul  $M_{eq}$  :

$$M_{eq} = \%C * M_C + \%Si * M_{Si} + \%Mn * M_{Mn} + \%P * M_P + \%S * M_S + \%Cr * M_{Cr} + \%Fe * M_{Fe} + \%Ni * M_{Ni} + \%Mo * M_{Mo} + \%Ti * M_{Ti} + \%V * M_V$$

- Calcul de  $\rho_{eq}$  :

$$\rho_{eq} = \%C * \rho_C + \%Si * \rho_{Si} + \%Mn * \rho_{Mn} + \%P * \rho_P + \%S * \rho_S + \%Cr * \rho_{Cr} + \%Fe * \rho_{Fe} + \%Ni * \rho_{Ni} + \%Mo * \rho_{Mo} + \%Ti * \rho_{Ti} + \%V * \rho_V$$

## 4.11 Spectroscopie d'impédance électrochimique :

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique classiquement employée pour détailler les mécanismes intervenant dans les processus de corrosion. Elle a donc souvent été utilisée lors d'études portant sur la corrosion des aciers dans différents milieux.

Dans le cadre de l'étude des interfaces électrode/électrolyte, ce qui est le cas en corrosion aqueuse, différentes techniques électrochimiques sont couramment utilisées. Elles mettent toutes en jeu des mesures de potentiel et/ou de courant, et peuvent être classées en deux groupes. Le premier regroupe les techniques dites stationnaires, comme la chromopotentiométrie, la chronoampérométrie, la voltampérométrie...etc.

Ces techniques permettent de recueillir des informations liées à la thermodynamique du système étudié et quelquefois à sa cinétique. Néanmoins, elles sont sujettes à des limitations, notamment dans le cas de systèmes très résistants ou pour l'étude des mécanismes réactionnels. De plus, certaines d'entre elles entraînent la destruction de l'échantillon. Pour contourner ces limitations, il a été mis au point un certain nombre de techniques dites transitoires, basées sur l'utilisation des fonctions de transfert et dont la SIE fait partie.

La mesure de l'impédance électrochimique consiste à étudier la réponse du système électrochimique, suite à une perturbation qui est, le plus souvent, un signal alternatif de faible amplitude. La force de cette technique, est de différencier les phénomènes réactionnels par leur temps de relaxation. Seuls les processus rapides sont caractérisés à hautes fréquences ; lorsque la fréquence appliquée diminue, apparaîtra la contribution des étapes plus lentes, comme les phénomènes de transport ou de diffusion en solution (21).

En pratique la mesure d'impédance consiste à surimposer, à un point de fonctionnement stationnaire, une perturbation sinusoïdale  $|\Delta E|$  de faible amplitude noté  $\Delta E$  et de pulsation  $\omega = 2\pi f$  (en  $\text{rad.s}^{-1}$ ) où  $f$  est la fréquence des perturbations ; le potentiel imposé à l'électrode est égal à :

$$E(t) = E + \Delta E \text{ avec } \Delta E = |\Delta E| \exp(j \omega t). \quad (4-9)$$

Il en résulte alors un courant sinusoïdal  $\Delta I$  de même pulsation  $\omega$ , superposé au courant stationnaire  $I$ , tel que :

$$I(t) = I + \Delta I \text{ avec } \Delta I = |\Delta I| \exp(j(\omega t - \theta)). \quad (4-10)$$

$\theta$  : correspondant au déphasage du courant alternatif par rapport au potentiel.

Les mesures d'impédance sont souvent présentées dans le plan complexe de Nyquist (Figure 4-10).

L'abscisse correspond à la partie réelle de l'impédance et l'ordonnée à la partie complexe.



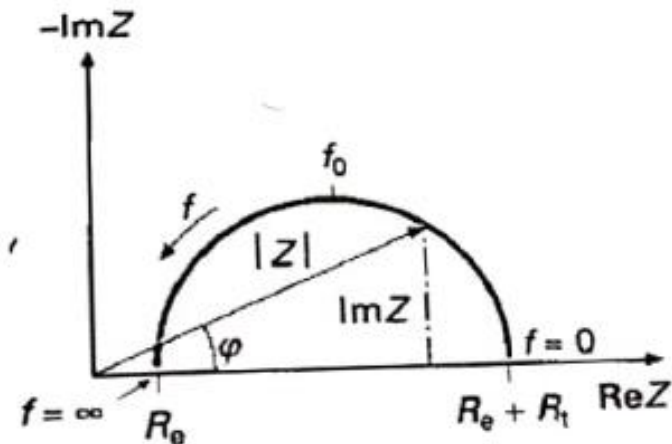


Figure 4-10 : courbe de nyquist.

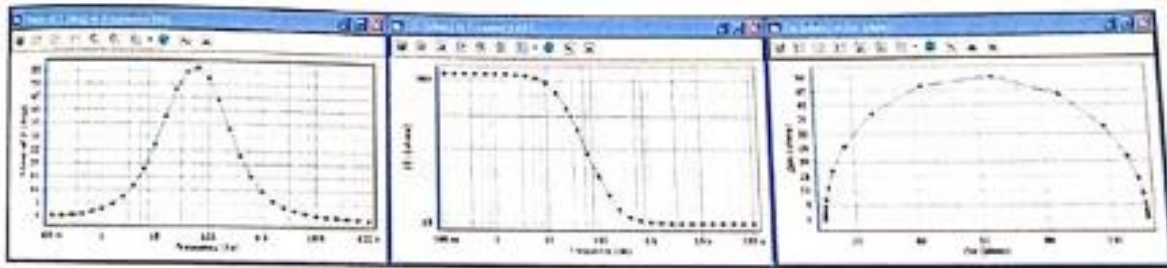


Figure 4-9 : courbes d'impédance sur logiciel versastudio.

L'objectif de l'analyse d'un spectre d'impédance est d'associer à chacune des étapes observables sur les diagrammes de Nyquist et/ou de Bode des grandeurs physiques représentatives. Ceci peut être abordé par la modélisation au spectre en proposant un circuit électrique équivalent (CEE), composé d'un certain nombre d'éléments simple.

#### 4.12 Utilisation de schémas électriques équivalents :

L'impédance d'un système électrochimique, peut être assimilée par analogie à une impédance électrique. Les différents processus se déroulant à l'interface électrode/électrolyte peuvent être modélisés par la construction d'un circuit électrique équivalent. Signalons toutefois que l'interprétation des diagrammes d'impédance expérimentaux par l'intermédiaire de CEE doit respecter deux conditions :

- ❖ Tous les éléments du circuit doivent avoir une signification physique précise, associée aux propriétés physiques du système.

## Chapitre 4 : Travail expérimental

❖ Le spectre simulé à partir du CEE doit être le plus fidèle possible au spectre expérimental et l'erreur ne doit pas présenter de caractère systématique en fonction de la fréquence.

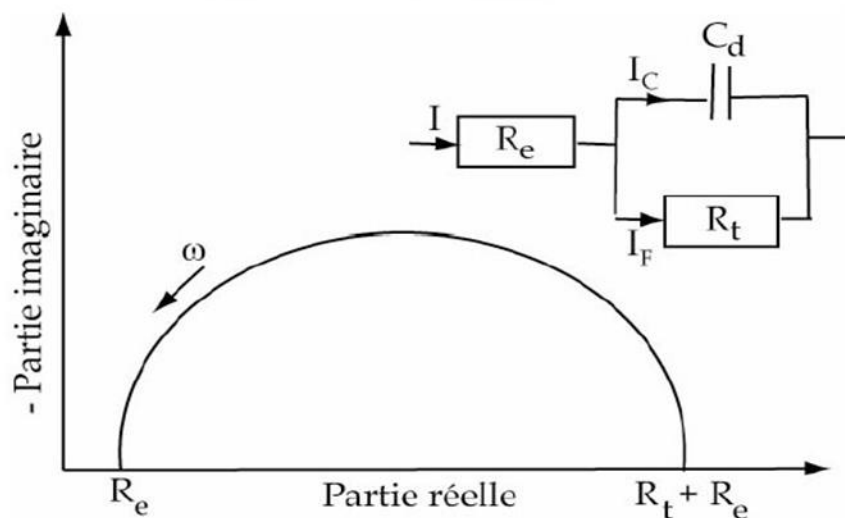


Figure 4-11 : Différentes représentations de Spectroscopie d'impédance électrochimique.

---

***Chapitre 5 : Résultats et***  
***discussions***

## 5 Résultats et discussions

### 5.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leurs interprétations.

### 5.2 Composition chimique :

Les compositions chimiques des aciers étudiés sont données dans le Tableau 3-1 :

Tableau 5-1: Teneurs en éléments d'alliage (% massique) d'acier 316L

	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	Cu
316L	0,029	0,009	0.04	0.62	1.85	12,5	16.85	2.67	0.032	0.04

### 5.3 Energie de défaut d'empilement :

L'énergie de défaut d'empilement (EDE) de l'austénite à la température ambiante peut être calculée à partir des compositions chimiques massiques avec la relation ( 3-1).

La valeur est donnée dans le Tableau 5-2

$$EDE (mJ.m^{-2}) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad \mathbf{5-1}$$

Tableau 5-2 : Energie de Défaut d'Empilement (EDE) à température ambiante (mJ.m<sup>-2</sup> ).

Aciers	Energie de Défaut d'Empilement (EDE) à température ambiante (mJ.m <sup>-2</sup> )
Acier inoxydable 316L	34.681

Nous avons vu que les aciers inoxydables peuvent être sensibles à la transformation martensitique par écrouissage selon leur composition, la quantité de déformation plastique et la température à laquelle survient la déformation. La martensite d'écrouissage est généralement de type  $\alpha'$ . La martensite  $\epsilon$  n'est obtenue par écrouissage que si l'EDE est inférieure à 30 mJ.m<sup>-2</sup> (Bavay 1990). L'EDE calculée pour l'acier 316L est supérieur à 30 mJ.m<sup>-2</sup>. Au vu de ces valeurs, donc y on a pas de formation de martensite  $\epsilon$  lors de l'écrouissage.

### 5.4 La teneur en ferrite

Diagramme de Schaeffler (Ni équivalent et en Cr équivalent)

Mode de solidification

Mode A : solidification en austénite primaire ;

Mode AF : solidification en austénite primaire avec apparition de ferrite par réaction eutectique et enrichissement en chrome à la frontière entre deux dendrites ;

Mode FA : solidification en ferrite primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite. Cette transformation s'accompagne d'un enrichissement en chrome et d'un appauvrissement en nickel au niveau des cœurs des dendrites. Il apparait alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite "squelettique" ou "vermiculaire" (5 à 10%) ;

Mode F : solidification en ferrite primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten).

Les cinétiques de disparition du liquide et de formation des différentes phases solides sont très différentes dans chaque cas. De même que la solubilité des impuretés telles que le S et le P qui peuvent contrôler la

## Résultats et discussions

criquabilité à chaud du métal solidifié. Il est donc important de connaître avec précision les facteurs qui contrôlent la nature du dépôt primaire.

Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté  $Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}}$ . Les relations suivantes ont ainsi été établies [10]:

$$Cr\text{-équivalent} = (\%Cr) + (\%Mo) + 1.5 * (\%Si) + 0.5 * (\%Nb) \quad (\text{formules de Guiraldenq et Pryce})$$

$$Ni\text{-équivalent} = (\%Ni) + 30 * (\%C) + 0.5 * (\%Mn)$$

$$Cr\text{-équivalent} = 20.45\%$$

$$Ni\text{-équivalent} = 14.295\%$$

$$Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} < 1.25 \Rightarrow L \longrightarrow L+\gamma \longrightarrow \gamma \text{ (mode A)}$$

$$1.25 < Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} < 1.48 \Rightarrow L \longrightarrow L+\gamma \longrightarrow L+\gamma+\sigma \text{ (mode AF)}$$

$$1.48 < Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} < 1.95 \Rightarrow L \longrightarrow L+\sigma \longrightarrow L+\sigma+\gamma \text{ (mode FA)}$$

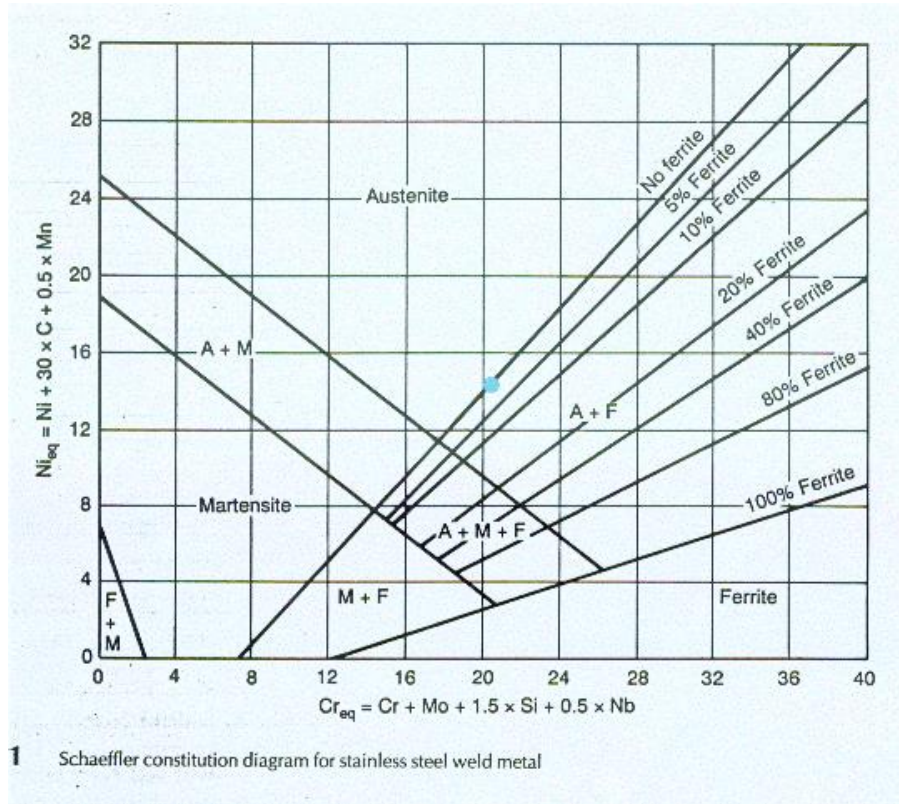
$$Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} > 1.95 \Rightarrow L \longrightarrow L+\sigma \longrightarrow \sigma \longrightarrow \sigma+\gamma \text{ (mode F)}$$

On a :

$$Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} = 20.45/14.295 = 1.4306$$

$$\text{Donc : } 1.25 < Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}} < 1.48 \Rightarrow L \longrightarrow L+\gamma \longrightarrow L+\gamma+\sigma \text{ (mode AF)}$$

Solidification en ferrite primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite.



*Figure 5-1 : Positionnement l'aciers 316L dans un diagramme de Schaeffler.*

Il apparait que l'acier 316L est à la frontière du domaine purement austénitique, ce qui est cohérent avec une teneur en ferrite faible.

La relation empirique de Massoud (Massoud 1991), établie pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques contenant 4 à 25% de ferrite, permet d'estimer de façon approximative la teneur en ferrite des différents aciers.

La teneur en ferrite :

$$\delta = 21,8 R^2 - 5,96 R + 3,39 \quad \mathbf{5-2}$$

avec :

$$R = [ (\%Cr) + (\%Mo) + 0,065 (\%Si) - 17,6 ] / [ (\%Ni) + 20(\%C) + 0,08(\%Mn) - 5,18 ] \quad \mathbf{5-3}$$

$$R = 1.9603 / 8.048 = 0.2436$$

$$\text{Donc } \delta = \mathbf{3.23\%}$$

## 5.5 Résultats de la métallographie à l'état brut :

### 5.5.1 Microstructure

Les premières observations des échantillons ont été effectuées sur un microscope optique. Les surfaces ont été observées sous lumière blanche après polissage.

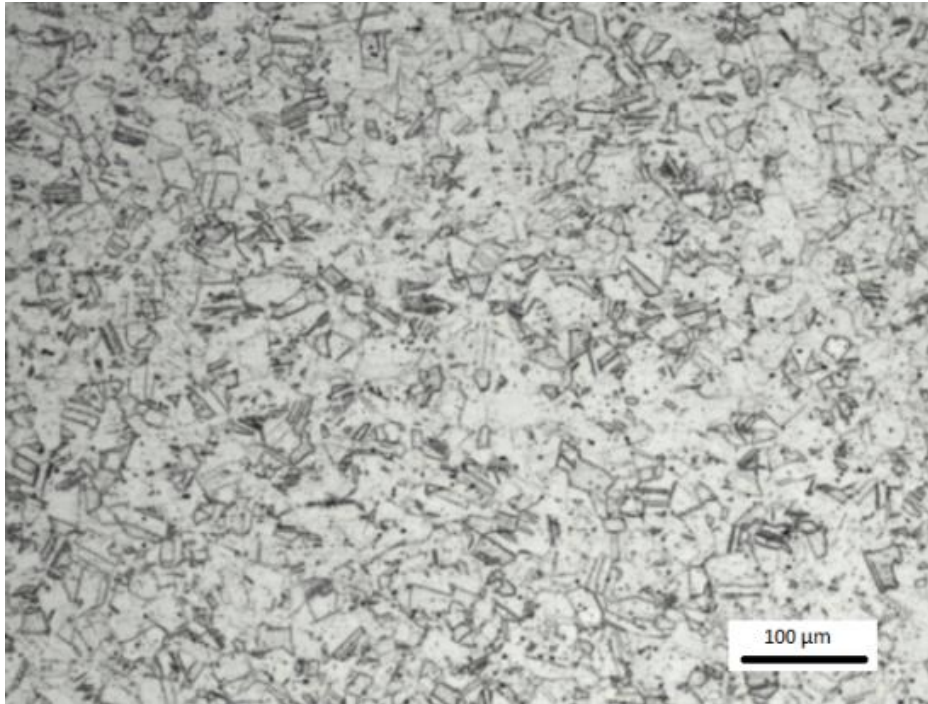


Figure 5-2 : Observation optique d'Ech01.

Les aciers inoxydables étudiés sont austénitiques. La phase austénitique, métastable, a été stabilisée à température ambiante par un traitement d'hypertrempe. La microstructure est donc majoritairement austénitique avec éventuellement la présence de ferrite résiduelle.

Les observations de la microstructure en microscopie optique confirment la présence de ferrite  $\delta$  et des macles (Figure 5-2). L'acier étudié est donc une phase austénitique de structure cubique à faces centrées,

## 5.6 Résultats de l'essai de traction

Les résultats des essais de traction sont résumés dans le Tableau 3.6. De manière générale, les propriétés mécaniques ont baissé à cause de l'effet des environnements corrosifs.

La corrosion sous contrainte mécanique (CSC) se produit la plupart du temps dans des milieux peu ou non agressifs à l'égard du métal.

On remarque une grande diminution des propriétés mécaniques de l'échantillon qui a subi une corrosion sous contrainte dans un milieu agressif pendant 192 (heures) par rapport à celui qui a subi une contrainte de traction pendant 192 (heures) à l'air.

Cette diminution est due à la formation de microfissures provoquée par la corrosion sous contrainte.

## Résultats et discussions

Tableau 5-3 Propriétés mécaniques de trois échantillons.

	<i>La limite élastique</i> <i>Rp0,2 (MPa)</i>	<i>Résistance mécanique R<sub>m</sub></i> <i>(MPa)</i>	<i>L'allongement</i> <i>EL. (%)</i>
<i>Ech01</i>	262	983	44
<i>Ech02</i>	261	979	43
<i>Ech03</i>	259	935	41

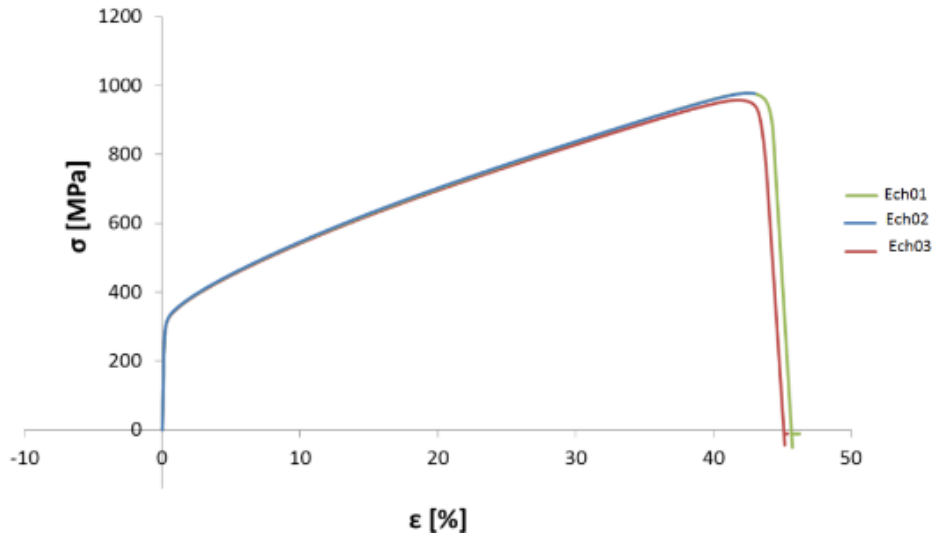


Figure 5-3 : Courbes contrainte - déformation de trois échantillon.

Sur les courbes contrainte – déformation (figure 5-3), on constate que la courbe de traction obtenue en milieu corrosif s'écarte de la courbe de référence dès que l'on a atteint la limite d'élasticité, ce qui indique que les fissures apparaissent dès le début de la déformation plastique. La comparaison des courbes contrainte - déformation obtenues en milieu corrosif montre que l'effet de milieu corrosif sur la limite d'élasticité se manifeste sur la contrainte de début de propagation. Une augmentation de l'agressivité de milieu corrosif a pour conséquence d'accroître la contrainte nécessaire à la déformation plastique et, ainsi, de repousser la détérioration de l'acier par fissuration à des niveaux de contrainte plus élevés. L'allongement à rupture est aussi diminué en fonction de l'agressivité de milieu corrosif.

D'après le tableau on remarque que la limite élastique, la résistance mécanique ainsi que l'allongement diminuent à cause du milieu agressif plus corrosif qui provoque une déformation plastique lente.

### 5.7 Résultats de Micro durezza

Pour donner des résultats précis, on a calculé la micro durezza à partir de quatre mesures dans des différents endroits afin de prendre la moyenne des résultats pour suivre l'évolution microdurezza sur toute la surface de notre échantillon. Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 5-4.

Tableau 5-4: résultats de la micro durezza de trois échantillons.



## Résultats et discussions

HV <sub>0.3</sub>	Ech 01	Ech 02	Ech 03
1	230	256	198
2	223	248	220
3	241	261	193
4	227	224	207
HV <sub>0.3</sub> moyen	230.25	247.25	204.5

D'après le tableau 4.1 on a vu que la dureté moyenne de l'échantillon qui a subi une contrainte pendant 192 heures est plus élevée que l'échantillon de référence et que la dureté moyenne de l'échantillon qui a subi une corrosion sous contrainte dans un milieu agressif pendant 192 h faible par rapport à l'échantillon de référence. Notons que la dureté n'est pas disparate, ceci en conformité avec le pourcentage de NaCl qui de par l'influence des chlorures affecte la dureté de notre échantillon comparé aux duretés des échantillons sous contrainte non attaqué et à l'air.

On remarque que les sulfates n'ont aucun effet (2M n'influent pas sur la dureté en question).

Nous avons constaté que la corrosion sous contrainte dans un milieu agressif baisse la dureté de l'acier, ce qui peut s'expliquer par une dégradation superficielle de notre échantillon.

### 5.8 Résultats de l'étude électrochimique

L'étude électrochimique en terme de corrosion consiste à tracer des courbes de polarisation ( $\log(i)=f(E)$ ) et l'exploitation des pentes de Tafel et mesurer l'impédances.

#### Courbes de polarisation

Dans la méthode potentiostatique, l'intensité du courant est mesurée entre l'électrode de travail et la contre-électrode (CE) de platine. 1 cm<sup>2</sup> de la surface de l'électrode de travail est en contact avec la solution NaCl (3%). Tous les potentiels sont référencés à l'électrode au calomel saturée (ECS), dont l'extrémité est placée près de l'électrode de travail pour minimiser l'influence de la chute ohmique. Le potentiel appliqué à l'échantillon varie de façon continue, avec une vitesse de balayage égale à 0.1 mV.s<sup>-1</sup>, sur un intervalle de [-0.50~ -0.10V]. Les tracés sont déterminés après stabilisation du potentiel d'équilibre.

## Résultats et discussions

Les courbes de polarisation obtenues avec et sans additif en milieu NaCl (3%) aéré sont :

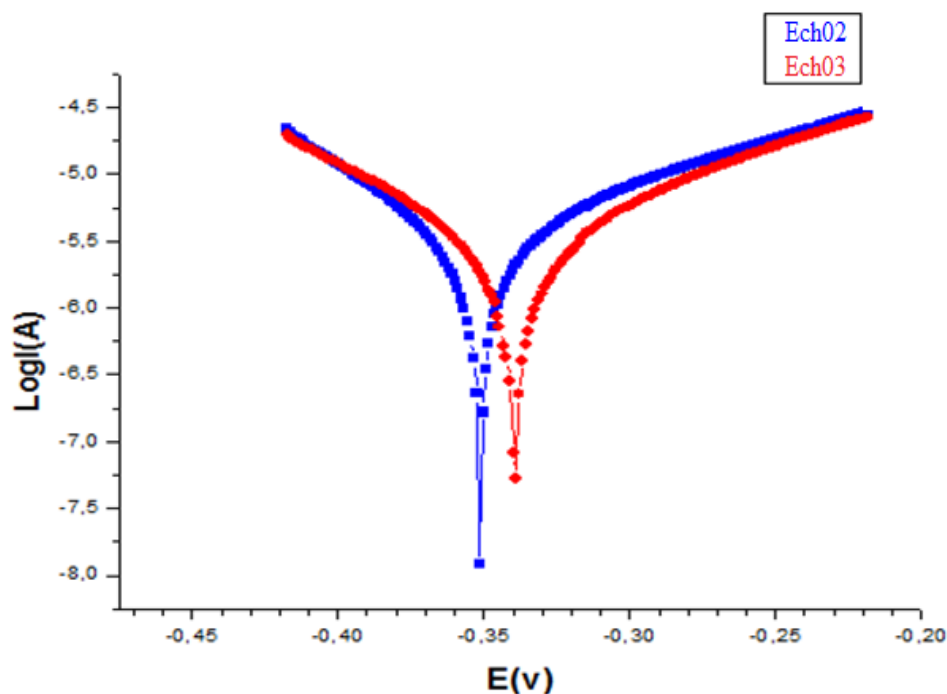


Figure 5-4 : Courbes de polarisation de deux échantillons semi-logarithmique.

Le tableau ci-dessous résume les valeurs des caractéristiques électrochimiques trouvées des deux types d'aciers.

Tableau 5-5: les valeurs des caractéristiques électrochimiques trouvées des deux échantillons.

Type d'acier	Ecorr (V)	Icorr (A/cm <sup>2</sup> )	Taux de Corrosion (mm/ans)	Résistance de polarisation( $\Omega$ )
Ech02	-0.34923	4.8106E-06	0.050469	6748.9
Ech03	-0.31439	4.3433E-06	0.055899	5763.7

L'analyse des courbes de polarisation des deux échantillons de l'acier montre, que la corrosion sous contrainte provoque une augmentation du potentiel de corrosion, la résistance de polarisation et de taux de corrosion ainsi qu'une diminution du courant.

La déformation appliquée à l'acier 316L, entraîne une légère augmentation du potentiel de corrosion de l'acier vers des valeurs moins nobles, une légère augmentation de la vitesse de corrosion et une diminution de la résistance à la corrosion sous tension. Ceci est probablement dû à une perturbation de la passivité qui résulte de l'action synergique sur notre matériau, des deux milieux corrosifs et de la contrainte ou de la déformation imposée au-dessous de la limite conventionnelle d'élasticité est par conséquent une diminution de la durée de vie de l'acier.

## 5.9 Résultat des mesures d'impédances

Les mesures d'impédance sont souvent présentées dans le plan complexe de Nyquist et Bode,

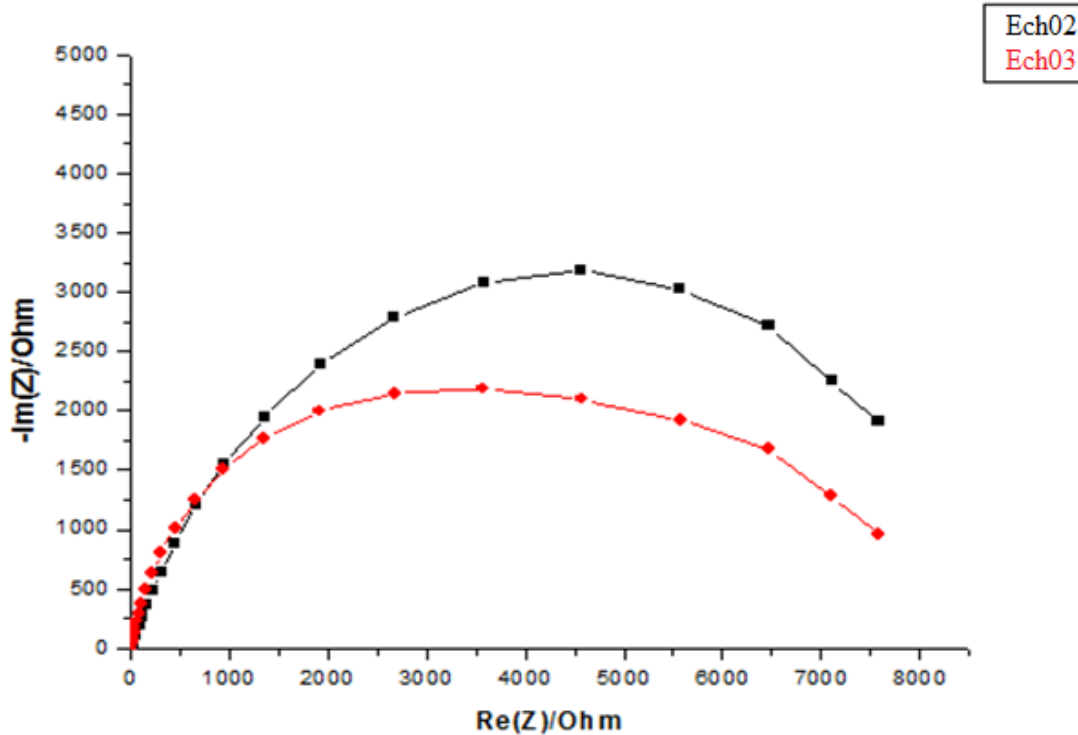


Figure 5-5 : courbe de nyquist.

Pour avoir de plus amples informations sur la nature des processus électrochimiques à l'interface les courbes de Nyquist constituées de parties dégradées des échantillons réelles et de parties imaginaires de l'impédance en fonction de la fréquence appliquée donne les informations relatives au schéma équivalent avec évolution de la densité de courant. Il apparaît clairement que l'échantillon 3 présente une corrosion un peu élevée que l'échantillon 2.

L'évaluation des propriétés de corrosion des échantillons consiste à comparer les diamètres des demi cercles dans le tracé de Nyquist.

L'échantillon 2 présente un diamètre d'arc plus grand que celui de l'échantillon 3 et donc relativement il présente un risque de corrosion plus faible.

Il est à noter que à travers les résultats obtenus, il ressort que les sulfates issus de l'acide n'ont pas d'influence sur le phénomène de dégradation en lui-même comparativement aux vitesses de corrosion qui ne sont pas très disparates.

---

# Conclusion

### *Conclusion générale*

A travers l'étude que nous avons menée, il s'avère que dans les échangeurs l'aspect corrosion n'est pas à prendre tout seul car les résultats obtenus sont tributaires d'un certain nombre de réserves à savoir :

Les phénomènes dans les échangeurs et en conformité avec la bibliographie étalée sont :

- ❖ La fatigue thermique par rapport au différentiel thermique engendré par le fluide colporteur et le fluide de refroidissement.
- ❖ L'encrassement de l'échangeur qui se fait par contact du fluide avec les parois des tubes métalliques.
- ❖ Les vibrations de l'échangeur en fonctionnement.
- ❖ L'entartrage qui est une conséquence de l'encrassement cumulatif.
- ❖ La corrosion par les chlorures se trouvant dans les eaux de refroidissement

A ce stade de l'étude, nous pouvons conclure que ce phénomène est très complexe et demande des études plus détaillées afin de visualiser l'impact de chaque paramètre rentrant dans la dégradation des échangeurs et ce par rapport aux différentes approches des paramètres intervenant dans ce type de problématique.

Notons que les effets synergiques ont un impact direct sur les phénomènes dits de corrosion et qui sont autres que ces derniers.

En perspective il serait intéressant de faire une étude détaillée de chaque paramètre influant et voir les différents aspects relatifs à ce problème.

Cette étude menée est une approche d'un des phénomènes rencontrés dans ce type d'appareillage servant à refroidir les fluides gaziers.

## Bibliographie

- [1] : C. Pierre-Jean : Acier inoxydable, Critère de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, Vol, MB4, dossier M4540, Paris (2000).
- [2] : K.H.Lo,C.H.Shek,J.K.L.Lai : Recent developments in stainless steels, Materials Science and Engineering R 65 (2009).
- [3] : J. Baralis & G. Maeder : Précis métallurgie, Nathan, Paris, 1997.
- [4] : M. K. AHN, H.S.Know & H.M.Lee : Quantitative comparison of the influences of tungsten and molybdenum on the passivity of Fe-29Cr ferritic stainless steels, Elsevier (1998).
- [5] : Seok Joo Doh , Jung Ho Je, Jim Suk Kim : Influence of Cr and Mo on the passivation of stainless steel of stainless steel 430 (18Cr) and 444 (18Cr–2Mo): In situ XANES study, Elsevier (2003).
- [6] : S M.Addasi, A Shokuhfar : Improvement of Mechanical Properties of Cr-Ni-Mo-Cu-Ti Stainless Steel With Addition of Vanadium, Journal of iron and steel research, International (2007).
- [7] : Jean VARRIOT : Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, A 869.
- [8] : Yao Fu, Xinqiang Wua, En-Hou Han, Wei Ke, Ke Yang, Zhouhua Jiang : Effects of nitrogen on the passivation of nickel-free high nitrogen and manganese stainless steels in acidic chloride solutions, Electrochimica Acta 54 (2009).
- [9] : Johan Andre : Optimisation des propriétés de conduction électrique et de passivité d'aciers inoxydables pour la réalisation de plaques bipolaires de pile a combustible de type PEMFC, Thèse de doctorat, 2007.
- [10] : I. Olefjord & L. Wegrelius : The influence of nitrogen on the passivation of stainless steels, Elsevier (1996).
- [11] : LI Hua-bing, JIANG Zhou-hua, ZHANG Zu-mi, XU Bao-yu, LIU Fu-bin: Mechanical properties of nickel free high nitrogen austenitic stainless steels, Materials Symposium (2007).
- [12] : Wu Di & Li Zhuang : A new Ph-free machinable austenitic stainless steel, Journal of iron and steel research, International (2010).
- [13] : Sourisseau T, Chauveau,E. & Baroux,B : Mechanism of copper action on pitting phenomena observed on stainless steels in chloride media. Corrosion Science (2005).
- [14] : M. Schaeffler : Constitution diagram for stainless steel weld metal, Metal Progress, 56, (1949), pp. 680-681.
- [15]: M. Spiedel, P. Uggowitzer : High manganese, high nitrogen austenitic stainless steel: their strength and toughness, Proceedings of Conference of High Manganese high Nitrogen Austenitic Steels, USA, (1992), pp. 135-141.
- [19] : 16 Laurent ANTONI &Alain GALERIE : Corrosion sèche des métaux, Techniques de l'Ingénieur, M 4224.
- [17] : Dudognon Julien : Étude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques, thèse de doctorat de l'université d'Orleans, Décembre 2006.

## Référence

---

- [18] : Hervé SASSOULAS : Traitements thermiques des aciers inoxydables, Techniques de l'ingénieur, M 1160.
- [19] : C.-O. A Olsson, D Landolt : Passive films on stainless steels, chemistry, structure and growth (2003).
- [20] : Food Science & Technology : Passivation of stainless steel, 2007.
- [21] : Quentin Auzoux : Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire, thèse de doctorat de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Janvier 2004.
- [22] : Laure Magnier-Mohin : Tenue en service d'assemblages soudés en acier 304L : Influence des contraintes résiduelles et du parachevement mécanique, Décembre 2007.
- [23] : Hervé Sassoulas : Traitements thermiques des aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, M 1155.
- [24] : Diadioly Gassama : Mise en évidence de la structure duplex des films minces formés sur des aciers inoxydables austénitiques : Type AISI 304 et 316, thèse de doctorat de l'université Cheikh Anta Diop de Dakar, Janvier 2003.
- [25] : Claire Saulou : Evaluation des propriétés anti-adhésives et biocides de films nanocomposites avec inclusions d'argent, déposés sur acier inoxydable par procédé plasma, thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Décembre 2009.
- [26] Laurent BUCHER- thèse doctorat : Etude de l'endommagement en fatigue thermique des aciers inoxydables – 17 décembre 2004.
- [27] W. CALLISTER « science des matériaux chapitre 18 – corrosion et dégradation des matériaux » CANADA, MODULO,2001.
- [28] O. BELAHSEN « corrosion cours et exercices » 2014.
- [29] J. CROLLET « corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages » Technique de l'ingénieur : M150-06, 1998 ; page 16.
- [30] A. Lakhdari “Caractérisation métallurgique et électrochimique des tubings à 13% Chrome”. Mémoire de fin d'étude. ENP (2016).
- [31] D. Landolt « traité des matériaux : chapitre 12 corrosion et chimie des surfaces des matériaux » Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, page 38, 1997. France.
- [32] J.J. Lamoureux, « Précis de corrosion », Groupe ABBDL, 1980.
- [33] D. Landolt, « Corrosion et chimie de surface des métaux », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1997
- [34] F. Hellal, Cours de Corrosion et Protection, Alger : Ecole Nationale Polytechnique, 2017.
- [35] N. BAFFIE, « influence de la microstructure de différents aciers inoxydable sur leur mécanismes d'endommagement en fatigue oligocyclique ». Thèse de doctorat. L'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (juillet 2002).
- [36] M. El May. Étude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable pour l'aéronautique en milieu marin corrosif. Autre. École nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2013.4

## Référence

---

- [40] C. BENBOUZA, M. MENAS « Étude de l'influence de la microstructure de l'acier inoxydable austénitique 304 sur son comportement en fatigue-corrosion » projet de fin d'étude. École nationale polytechnique (juin 2014).
- [41] Technique d'ingénieur – Aciers inoxydables – Propriétés. Résistance à la corrosion – m 4541.
- [42] Technique d'ingénieur – Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages – m150.
- [43] Pierre LAGHOUTARIS – corrosion sous contrainte de l'alliage 600 – 6 février 2009.
- [44] Nestor PEREZ - Electrochemistry and corrosion science – 2004.
- [45] E. MCCAFFERTY - Introduction to corrosion science – 2010.
- [46] H.S. KHATK – Baldev Raj – Corrosion of austenitic stainless steel – 2002.
- [47] Gérard BERANGER – Corrosion des métaux et alliages – 2002.
- [48] Technique d'ingénieur – Métaux et alliages passivables – m 153.
- [49] Brian Ralph - Corrosion science and technology – 2000.
- [50] Metals handbook volume 13A – corrosion : fundamentals, testing, and protection – 2003.
- [51] Corrosion science – Effects of prior cold work and sensitization heat treatment on chloride stress corrosion cracking in type 304 stainless steels – 2001.
- [52] Les différentes formes de corrosion aqueuse – séminaire (google)
- [53] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Echangeur>.
- [54] J.F. SACADURA ; << Initiation aux transferts thermiques >> ; Technique et Documentation ; Paris ; 1980.
- [55] J. PADET ; << Echangeurs thermiques >> ; Edition MASSON; 1994.
- [56] H. CORTES, et J. BLOT ; << Transfert thermique, Application à l'habitat >> ; ELLIPSES ; 1999.
- [57] S. KAKA ; << Boilers, evaporators, and condensers >> ; 1991.
- [58] N. LABSI ; <<Etude de l'encrassement des échangeurs de chaleur du circuit de préchauffe de la raffinerie d'Alger>> ; Mémoire de Magister en énergétique des procédés Industrielle ; USTHB ; 2003
- [59] J. HUETZ, A. GARRIGUE, C. MARVILLET, A. BONTEMPS, R. VIDIL, C. GOUBIER, P. MERCIER ; << Echangeur de chaleur - Problème de fonctionnement >> ; Base documentaire, Génie énergétique ; B2344 ; 10 fév 1995.
- [60] L. PEREZ ; <<Développement, étude de performance et Intégration de sondes thermiques pour la Caractérisation de l'encrassement d'échangeurs tubulaires à courants croisés >> ; Mémoire de Docteur en Génie mécanique ; Bordeaux ; 2003.
- [61] D. ALLAN, A. KRAUS, A. JAMES. Et R. WELTY ; << Extended surface heat transfer >> ; 2001.
- [62] R. HARCHE ; << Etude et modélisation de l'encrassement par le lait dans une conduite verticale >> ; Mémoire de Magister en énergétique des procédés Industrielle ; USTHB, 2009.
- [63] C. DUFFAU, J.M. NAVARO, et R. VIDIL ; << L'encrassement dans les échangeurs. Description. Prévention. Remèdes >> ; Edition GRET ; 1991.
- [64] BONTEMPS ANDRE. Technique de l'ingénieur : Echangeur de chaleur-prblème de fonctionnement. ALAIN GARRIGUE. B2341 v1. Mai 1995.