

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Mémoire de Master en Génie des Matériaux
Thème :

**Etude de la sensibilité à la corrosion des parties
cintrées de canalisations en acier inoxydable
austénitique, vis-à-vis d'eaux traitées
industrielles**

LEMMOUI Redha Abderraouf

Sous la direction de :

Pr F. HELLAL

Soutenu publiquement le 02/07/2018

Membres du jury :

Président : Mr. M. CHITROUB,	Pr	E.N.P.
Promoteur : Mr. F. HELLAL,	Pr	E.N.P.
Examineur : Mr. A. DAIMELLAH	Dr	E.N.P.

ENP 2018

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Mémoire de Master en Génie des Matériaux
Thème :

**Etude de la sensibilité à la corrosion des parties
cintrées de canalisations en acier inoxydable
austénitique, vis-à-vis d'eaux traitées
industrielles**

LEMMOUI Redha Abderraouf

Sous la direction de :

Pr F. HELLAL

Soutenu publiquement le 02/07/2018

Membres du jury :

Président : Mr. M. CHITROUB, Pr E.N.P.

Promoteur : Mr. F. HELLAL, Pr E.N.P.

Examineur : Mr. A. DAIMELLAH Dr E.N.P.

ENP 2018

ملخص

الهدف من هذه الدراسة المقدمة في هذه المذكرة هو دراسة السلوك الكهروكيميائية للمناطق المحنية لأنبوب الفولاذ المقاوم للصدأ الأوستنيتي 316L المأخوذ من محطة معالجة المياه. يتم دراسة ثلاث أوساط، مياه استطلاعية، مياه معذبة ومياه متجمدة (مياه التبريد). لقد أظهرت نتائج تقويم الصفات المجهرية المجهرية للمناطق المحنية واختبارات الاستقطاب تأثير التشوه المتولد بعد الانحناء لتشكيل فيما يتعلق بسرعة التآكل

كلمات الرئيسية

أنبوب، الفولاذ الأوستنيتي 316L، المياه، التآكل، الانحناء، كوع أنبوب.

Abstract :

The objective of the study presented in this thesis is to study the electrochemical behavior of the bent areas of a 316L austenitic stainless steel pipe taken from a water treatment plant. Three environments are studied, sounding water, softened water and cooling water. The evaluation of the microstructural characterization results of the bent zones (elbows) and the polarization tests have shown the effect of the deformation generated after the bending to form bends with respect to the corrosion rate.

Keywords

Pipe, Stainless steel 316L, water, corrosion, bending, elbows.

Résumé :

L'objectif de l'étude présentée dans ce mémoire consiste à étudier le comportement électrochimique des zones cintrées d'une canalisation en acier inoxydable austénitiques 316L pris d'une station de traitement d'eau. Trois milieux sont étudiés, eau de sondage, une eau adoucie et une eau glacée (eau de refroidissement). L'évaluation des résultats de caractérisation microstructural des zones cintrées (coudes) et des essais de polarisation ont montré l'effet de la déformation engendrée après le cintrage pour former des coudes vis-à-vis la vitesse de corrosion.

Mots clés

Canalisation, acier inoxydable 316L, eau, corrosion, déformation à froid, coude.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A ma chère mère, qui a œuvré pour ma réussite, par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mon éternelle gratitude.

A Mon père, ma tante, mes chères sœurs, et mon cher frère, pour leur soutien, encouragement, merci de me supporter.

A Isma qui m'a accompagné par ses prières, sa douceur, son aide. Merci de tout ce que tu fais pour moi.

A tous mes amis, pour leur présence, et soutien.

Remerciements :

Je rends grâce à Dieu le Tout puissant et le Miséricordieux de m'avoir donné la force morale, physique et l'aide pour accomplir ce modeste travail.

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon promoteur Pr F. HELLAL de l'Ecole Nationale Polytechnique pour m'avoir encadré durant mon projet, son soutien et la confiance, qu'il m'a accordée tout le long de mon travail.

Je remercie également Monsieur CHITROUB et Monsieur DAIMELLAH pour leurs conseils et aide.

Je remercie chaleureusement membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions

Je présente également mes remerciements à mon encadreur Mr N. BOUABBA tout en lui témoignant mon gratitude pour ces précieux conseils.

Je tiens aussi à remercier tous les enseignants de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, en particulier, les professeurs de département de métallurgie qui m'ont encadré, pour les connaissances qu'ils m'ont transmis, et leurs efforts qu'ils ont fourni

Que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail trouvent ici l'expression de mes sincères gratitudes

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale	13
Chapitre 1 : Traitements des eaux dans l'industrie.....	15
1.1 Introduction	16
1.2 Utilisation industrielle de l'eau :	16
1.2.1 L'eau qui intervient dans le processus de fabrication.....	16
1.2.2 L'eau qui intervient en amont du processus de fabrication	16
1.2.3 L'eau est une utilité (eau d'utilité).....	16
1.3 Usage de l'eau dans l'industrie pharmaceutique.....	16
1.3.1 Usage générale	16
1.3.2 Usage spécifique	17
1.4 La chimie de l'eau et les problèmes engendrés en industrie	17
1.4.1 Les matières organiques.....	17
1.4.2 Les éléments et les sels minéraux	17
1.4.3 Les gaz dissous	18
1.5 Traitements des eaux et dispositifs utilisés en industrie	19

1.5.1	Quelques appellations et abréviations.....	19
1.5.2	Les dispositifs utilisés pour les traitements d'eau.....	19
1.5.3	Description d'une station de traitement d'eau	20
1.6	Contrôle de qualité d'eau au sein d'une entreprise	22
1.6.1	Contrôle de l'eau brute.....	22
1.6.2	Contrôle de l'eau adoucie et l'eau glacée	22
1.6.3	Contrôle de la vapeur condensée des chaudières et de l'eau de bache d'alimentation	22
1.6.4	Contrôle de l'eau purifiée	23
Chapitre 2 Les aciers inoxydables		24
2.1	Introduction	25
2.2	Structure et composition chimique.....	25
2.2.1	Action du chrome : système Fe-Cr	25
2.2.2	Action du carbone : système Fe-Cr-C.....	26
2.2.3	Action du nickel : système Fe-Cr-Ni	27
2.2.4	Actions des éléments alphagènes.....	28
2.2.5	Actions des éléments gammagène :	28
2.3	Les différents types d'aciers inoxydables :	29
2.3.1	Les aciers martensitiques	29
2.3.2	Les aciers ferritiques	29
2.3.3	Les aciers austénitiques.....	30
2.3.4	Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (Duplex).....	30
2.4	Les aciers inoxydables austénitiques	30
2.4.1	Quelques types des aciers inoxydables austénitiques	31
2.5	Propriétés des aciers inoxydables austénitiques.....	31
2.6	La mise en œuvre des aciers inoxydables austénitiques (déformation plastique).....	31
2.6.1	Les conséquences de la déformation plastique	32
2.7	L'acier AISI 316L	34
2.8	Conclusion.....	34

Chapitre 3 : LA CORROSION DES ACIERS INOXYDABLES	35
3.1 Introduction	36
3.2 La corrosion humide.....	36
3.2.1 La corrosion chimique	36
3.2.2 Corrosion électrochimique.....	36
3.2.3 Corrosion biochimique.....	36
3.3 Principaux facteurs de corrosion.....	36
3.3.1 Facteurs liés au milieu	36
3.3.2 Les facteurs liés au métal.....	37
3.4 Les différents types de corrosion	37
3.4.1 La corrosion uniforme.....	37
3.4.2 La corrosion localisée	38
3.5 La passivité des aciers inoxydables.....	38
Chapitre 4 : MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES	39
4.1 Introduction	40
4.2 Prélèvement et préparation des échantillons	40
4.2.1 Echantillonnages	40
4.2.2 Préparation des échantillons	40
4.3 Caractérisation chimique et microstructurale.....	42
4.4 Déformation par laminage.....	43
4.4.1 Choix de taux de déformation.....	43
4.4.2 Le procédé de laminage	44
4.5 Caractérisation chimique des milieux	44
4.6 Méthodes expérimentales.....	45
4.6.1 Essai de microdureté.....	45
4.6.2 Essais électrochimiques de corrosion	46
4.7 Méthodes d'analyses	48
4.7.1 Méthode d'examen métallographique.....	48
4.7.2 Analyse électrochimique.....	50

Chapitre 5 : RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	52
5.1 Introduction	53
5.2 Présentation des résultats	53
5.2.1 Observation microscopique	53
5.2.2 La microdureté.....	55
5.2.3 La taille des grains	55
5.2.4 Résultats des essais électrochimiques.....	56
5.3 Interprétation des résultats et discussions	58
5.3.1 Effet du milieu	60
CONCLUSION GENERALE	63
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	65

Liste des tableaux

Tableau 2-1 : Propriétés des aciers inoxydables austénitiques	31
Tableau 4-1 : Les dimensions du tube de la canalisation étudiée.	40
Tableau 4-2 : Teneur en éléments d'alliage du 316L en pourcentage massique.	42
Tableau 4-3 : Les caractéristiques chimiques des milieux.....	45
Tableau 5-1: La taille moyenne des grains des trois échantillons.	56
Tableau 5-2 : Échantillon 1 « Métal non déformé »	59
Tableau 5-3 Échantillon 2 « Partie soudée »	59
Tableau 5-4: Échantillon 3 « Métal déformé ».	60
Tableau 5-5: Caractéristiques des milieux.....	60

Liste des figures

Figure 1-1. 1 : Schéma du circuit de la canalisation de l'eau utilité.	21
Figure 2-1: Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [5].....	26
Figure 2-2 : Influence de la somme des éléments carbone et l'azote sur les domaines austénitiques [5].	27
Figure 2-3 : Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% de Fe [8].	27
Figure 2-4 : Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel [5].	28
Figure 2-5: La variation de la limite d'élasticité en fonction des taux d'écrouissage des aciers inoxydables.	32
Figure 2-6: Fraction volumique de martensite en fonction de la déformation plastique à des températures allant de -188 °C à 80 °C pour un acier inoxydable 304.....	33
Figure 4-1 : Echantillonnage.....	41
Figure 4-2 : Montage utilisé pour l'attaque électrolytique.	42
Figure 4-3 : Microstructure de l'acier 316L observée au microscope optique.	42
Figure 4-4: Schéma d'un coude de 90°.	43

Figure 4-5: La déformation plastique dans un laminoir.....	44
Figure 4-6 : Microduromètre.	45
Figure 4-7 : Schématisation du Pénétrateur et de l’empreinte laissée après enlèvement de la charge.....	46
Figure 4-8 : Les variations possibles des courbes $E = f(t)$	47
Figure 4-9 : Potentiostat.....	48
Figure 4-10 : Schéma du dispositif [10].	48
Figure 4-11: Détermination de la taille des grains	49
Figure 4-12 : un grain allongé suivant la direction de laminage.....	49
Figure 4-13 : Courbe schématique de polarisation à l’échelle logarithmique [20].....	50
Figure 4-14 : Mesure de la vitesse de corrosion par la résistance de polarisation [11].	51
Figure 5-1: Echantillonnages.	53
Figure 5-2: Echantillon non déformé ($d_g = 15\mu\text{m}$, 198HV).....	54
Figure 5-3: Echantillon de la partie coudée ($15\mu\text{m}$, 241 HV).	54
Figure 5-4 : Echantillon déformé ($D=17$, $d=14$; HV 279, $\epsilon = 29\%$).....	54
Figure 5-5: Variation de la microdureté en fonction de la déformation..	55
Figure 5-6 : Superposition des courbes de polarisation de l’échantillon –Métal non déformé– dans les trois milieux.	57
Figure 5-7: Superposition des courbes de polarisation de l’échantillon –Métal non déformé– dans les trois milieux.	57
Figure 5-8 : Superposition des courbes de polarisation de l’échantillon –Métal déformé– dans les trois milieux.....	58
Figure 5-9 : Le courant de corrosion des différents échantillons dans les différents milieux.	61
Figure 5-10 : Le courant de corrosion en fonction de la déformation, dans les différents milieux.	62

Introduction générale

Les hommes se sont trouvés confrontés à des problèmes de corrosion métallique depuis apparemment fort longtemps et cela depuis qu'ils ont réussi à préparer des métaux qui ne se trouvaient pas à l'état pur dans la nature.

La corrosion est le phénomène suivant lequel les métaux et les alliages métalliques subissent de la part de leur environnement, quel qu'il soit, une attaque dont la conséquence est de les faire retourner vers leur forme d'origine, de minerais sous forme d'oxydes.

La corrosion est un problème majeur, puisque l'on estime que 5 t d'acier disparaissent chaque seconde dans le monde (une très fine couche, mais sur tous les objets, appareils et structures en acier qui existent de par le monde...). Un problème économique, donc, mais aussi de sécurité et de protection environnementale.

L'histoire du fer et des aciers s'est heurtée très tôt à un problème majeur de résistance à la corrosion qui n'a pu être résolu qu'en ajoutant une certaine quantité de chrome. L'acier inoxydable joue un rôle majeur dans la manipulation, le stockage et le traitement de l'eau. Son intérêt réside principalement dans sa résistance aux effets corrosifs d'un large éventail de composés chimiques.

C'est dans les années 1970 que la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable a été systématiquement évaluée pour la première fois dans différents types d'eaux de procédé. On a ainsi testé le comportement des nuances 304 (S30400) et 316 (S31600), contenant respectivement 9 et 12 % de nickel environ, ainsi que d'autres alliages, dans le traitement des eaux usées. Ces tests ayant donné des résultats favorables, les aciers inoxydables austénitiques s'utilisent de plus en plus dans les stations d'épuration pour les tuyaux de traitement et d'aération, les clarificateurs, les racleurs de boues et la boulonnerie. L'emploi de l'acier inoxydable a connu le même essor dans le traitement et la distribution de l'eau potable, où il est désormais considéré comme essentiel.

Le travail qui va être présenté est une étude complémentaire au mémoire du projet de fin d'étude intitulé « Etude de la sensibilité à la corrosion de soudures de canalisations en acier inoxydable austénitique, vis-à-vis d'eaux traitées industrielles ». Et afin d'étudier l'ensemble de raccordement d'une canalisation, ce mémoire est consacré à l'étude des zones cintrées. Cette étude basée sur une problématique industrielle chez l'entreprise IMC (Industrie médico-chirurgicale de Rouiba). Il s'agit de cas de corrosion observé dans l'installation (canalisation) en acier inoxydable austénitique, dans laquelle circule une eau puisée d'un sondage. Cette eau subit différents traitements en vue d'une

utilisation soit pour refroidir des groupes thermiques, soit en priorité, servir de solution pharmaceutique.

Un stage en milieu industriel a été effectué au préalable et a permis de rassembler différents éléments entourant la problématique de corrosion.

Le travail s'est poursuivi au laboratoire de métallurgie de l'ENP en vue de cerner par des techniques métallurgiques, mécaniques et électro-chimiques, le comportement de canalisation cintrée en milieu industriel.

La première partie de ce mémoire concerne la recherche bibliographique, le premier chapitre concerne les traitements des eaux industrielles, le second décrira les généralités sur les aciers inoxydables, plus particulièrement les aciers inoxydables austénitiques. Puis, nous allons aborder le chapitre qui décrit la déformation plastique des aciers inoxydables austénitiques. Enfin la corrosion de ces aciers.

La deuxième partie contient deux chapitres, le cinquième chapitre traite les techniques d'analyses utilisées, le matériel et les modes opératoires, tandis que le dernier chapitre rapporte les résultats expérimentaux, l'exploitation de ces derniers et leur impact sur l'acier inoxydable austénitique et à la fin, la conclusion et les perspectives.

Chapitre 1 : Traitements des eaux dans l'industrie

1.1 Introduction

Les réserves disponibles d'eaux naturelles sont constituées des eaux souterraines (infiltration, nappes), des eaux de surface stagnantes (lacs, retenues de barrages) ou en écoulement (rivières, fleuves) et des eaux de mer.

Dans toute activité industrielle, l'eau est nécessaire pour de nombreux usages qui dépendent de sa quantité et sa qualité.

1.2 Utilisation industrielle de l'eau :

En termes d'usage de l'eau en industrie, on peut distinguer trois grandes catégories [1] :

1.2.1 L'eau qui intervient dans le processus de fabrication

Elle est appelée eau de process, utilisée au sein même des procédés industriels comme solvant, matière première, agent de fabrication ou fluide de nettoyage des équipements ou du produit fabriqué.

Dans ces applications, la contrainte de qualité de l'eau dépend directement du procédé industriel.

1.2.2 L'eau qui intervient en amont du processus de fabrication

Cette eau est utilisée dans les opérations de lavage et de transport des matières premières.

1.2.3 L'eau est une utilité (eau d'utilité)

Elle participe de façon indirecte à la production en tant que fluide thermique (production de vapeur, eau chaude, eau de refroidissement, eau glacée...etc.).

La contrainte de qualité de l'eau dans ce type d'applications ne sont pas dépendantes de la nature de l'industrie, mais sont liées aux caractéristiques intrinsèques des équipements comme la chaudière, le circuit de refroidissement, le circuit d'eau glacée, les réseaux d'incendie.

1.3 Usage de l'eau dans l'industrie pharmaceutique

1.3.1 Usage général

Comme dans toutes industries, l'industrie pharmaceutique dispose d'une ou plusieurs stations de traitement d'eau qui alimentent les circuits d'eau de refroidissement, et de chaudière, et même le circuit d'eau de process.

Pour l'intérêt de ce rapport on donne plus de détail sur le circuit d'eau de refroidissement :

Un circuit de refroidissement a pour fonction d'extraire la chaleur d'un procédé ou d'un matériel, la chaleur d'un milieu est transmise à un autre milieu ou à un fluide. Bien souvent, l'agent de refroidissement est l'eau.

La chaleur transmise par les fluides ou matériels provoque un réchauffement de l'eau de refroidissement, voir un changement de son état. Un grand nombre des propriétés de l'eau, ainsi que le comportement des contaminants qu'elle referme, change avec la

température, la tendance d'un circuit de se corroder, à s'entartre ou favoriser la croissance microbienne évolue aussi en fonction de la température de l'eau [1].

D'une part pour atteindre certains critères de qualité et une préparation d'une eau industrielle qui répond à la fois aux exigences et aux normes d'utilisation de l'eau sur les appareils, d'autre part, conféré une eau seine pour les circuits afin d'éviter tout problème de fuites (corrosion) sur les canalisations d'eau, ou un faible rendement des circuits, l'eau de process et l'eau d'utilité passent par des traitements intervenant sur les constituants (gaz dissout, sels minéraux, matières organiques, polluants divers), qui seront détaillés dans les paragraphes qui suit.

1.3.2 Usage spécifique

En industrie pharmaceutique, l'eau intervient dans le procédé de fabrication et peut même faire partie du produit pharmaceutique fabriqué et commercialisé, notamment dans le cas des solutions injectables, dans ce cas deux qualités principales sont définies : les eaux purifiées et les eaux pour injection.

Ces qualités d'eau font l'objet de spécifications réglementaires très précises tant en Europe, avec les normes GMP (*Good Manufacturing Practises for Pharmaceutical Products*) qu'aux Etats Unis avec les normes FDA (*Food and Drug Administration*) [1].

Ces eaux doivent être exemptées de toutes bactéries ou virus, et elles doivent également être apyrogènes, c'est-à-dire qu'elles ne doivent contenir aucun composant qui puisse provoquer de la fièvre lors d'une injection, ce qui implique par exemple l'absence d'anticorps ou de toute partie des matériaux membranaires ou intracellulaires des bactéries tuées lors des stérilisations [1].

1.4 La chimie de l'eau et les problèmes engendrés en industrie

L'eau pure (H_2O) est incolore, insipide et inodore. Parce que l'eau est contaminée par les substances avec lesquelles elle entre en contact, il n'existe pas d'eau à l'état pur en milieu naturel [1].

En général l'eau naturelle contient des impuretés constituées de matières solides en solution et en suspension, on note [1] :

1.4.1 Les matières organiques

L'eau peut être un milieu de culture de bactéries de cellules, de levures, les microorganismes qui sont principalement des bactéries comme les bactéries sulfato et thiosulfato-réductrices.

1.4.2 Les éléments et les sels minéraux

On distingue :

- Les cations qui sont :
 - Le fer :

Sous forme ferreux Fe^{2+} , et ferrique Fe^{3+} , dans une eau prélevée d'un circuit dans une industrie, il existe deux origines de la présence de fer, en outre, la présence naturelle

dans l'eau d'alimentation des circuits, après contact avec des roches contenant du fer, ou bien le fer présent résulte de la corrosion du circuit.

La formation des dépôts de fer, conduit à la formation de films minces très adhérents à l'intérieur des circuits, réduit le rendement d'échange thermique et la capacité de réseau de distribution de l'eau. Ce phénomène accélère la corrosion et entraîne la défaillance des appareils.

➤ Sodium Na^+ :

Augmente la teneur en solide de l'eau, combiné à l'ion OH^- . Il favorise la corrosion dans les chaudières sous certaines conditions.

➤ Le calcium Ca^{2+} et le magnésium Mg^{2+} :

La principale cause de l'entartrage dans les échangeurs thermiques et les chaudières.

➤ L'aluminium Al^{3+} :

Il peut occasionner des dépôts dans le circuit de refroidissement et contribuer à la formation de tartre.

Et d'autres comme le Zn^{2+} , Cu^{2+} .

- Les anions :

➤ Les sulfates SO_4^{2-} :

Le principal problème que pose la présence d'ions de sulfate dans l'eau est l'entartrage par la précipitation du sulfate de calcium.

➤ Le chlore :

On le trouve à l'état d'ion hypochlorite ClO^- ou acide hypochloreux HOCl, augmente la teneur en solides, et intensifie les propriétés corrosives de l'eau.

➤ Les nitrates NO_3^- :

On les retrouve dans les eaux naturelles en quantités relativement faibles. Par ailleurs, la présence de nitrates dans l'eau se révèle comme étant un facteur à considérer vu le rôle qu'ils jouent dans la lutte contre la fragilité caustique des composants d'un circuit.

1.4.3 Les gaz dissous

➤ Le dioxyde de carbone CO_2 :

La corrosion est le principal effet de la présence dans l'eau du CO_2 dissous. Ce gaz produit de l'acide carbonique, qui se révèle être un agent corrosif.

➤ L'oxygène dissous :

En raison des propriétés corrosives de l'oxygène dissous à l'égard des alliages de fer et de cuivre, sa présence est indésirable dans les eaux industrielles.

1.5 Traitements des eaux et dispositifs utilisés en industrie

Très souvent l'eau brute obtenue par puisage doit être traitée avant d'entrer dans l'usine pour assurer que sa qualité et ses propriétés correspondront aux spécifications requises par le processus industriel.

Des réserves permanentes d'eau sont nécessaires pour un grand nombre de raisons comprenant la production, le traitement des matériaux et le refroidissement.

Parmi les phénomènes pouvant être aperçus dans ce genre d'industries, on retrouve :

- Corrosion, oxydation, érosion, corrosion sous dépôt.
- Croissance biologique : bactéries, algues, films biologiques.
- Dépôt de sels : entartrage.

Ces phénomènes peuvent avoir pour conséquence :

- Des menaces pour la santé.
- Un accroissement des coûts et du temps de maintenance : nettoyage d'un échangeur.

1.5.1 Quelques appellations et abréviations

Avant de décrire les traitements effectués sur une eau, on doit donner les définitions des différentes appellations et abréviations usuellement employées [3] :

- TH : titre hydrotimétrique ou Dureté. C'est la teneur en calcium et magnésium en solution dans l'eau.
- TA : titre alcalimétrique. C'est la teneur en hydroxyde (OH^-), et en carbonate (CO_3^{2-}) en solution dans l'eau.
- TAC : titre alcalimétrique complet C'est la teneur en hydroxyde (OH^-), et en carbonate (CO_3^{2-}), et en hydrogénocarbonate (HCO_3^-) en solution dans l'eau.

Ces différents titres définissent le caractère plus ou moins entartrant d'une eau.

- °F : le degré français est une unité de mesure symbolisant une concentration dans l'eau, c'est à dire une quantité de matière dans un volume donné.

1.5.2 Les dispositifs utilisés pour les traitements d'eau

- Les filtres :

Dispositifs permettant de retenir les particules solides en suspension dans l'eau. L'efficacité de ce type de matériel est donnée par la finesse de la maille de la surface filtrante, donnée en microns, mais également par la vitesse de passage de l'eau à travers la maille.

➤ L'adoucisseur :

Dispositif permettant d'éliminer par échange ionique la dureté d'une eau, de façon à éviter les risques d'entartrage d'un producteur de chaleur par exemple. L'adoucissement se fait en diffusant l'eau à travers une colonne de résine dite cationique, permettant la fixation du calcium et du magnésium par la résine, qui libère en échange du sodium. Lorsque la résine a libéré tous son sodium, la résine est dite épuisée ; l'adoucisseur n'est plus capable à ce moment de continuer à fixer du calcium, il est alors nécessaire de le faire régénérer.

La régénération permet aux résines de se recharger en sodium, après avoir libérées dans l'eau allant à l'éégout le calcium et le magnésium qu'elles avaient retenus.

➤ Les osmoseurs (osmose inverse) ou purificateurs d'eau

Leurs rôles permettent d'obtenir une eau presque, totalement, déminéralisée et faiblement chargée en matières Organiques. L'osmose inverse est un procédé de séparation par membrane semi-perméable, dont la structure particulière ne laisse passer ni les micro-organismes, ni les molécules organiques, ni les sels minéraux.

Principe OSMOSE INVERSE :

Lorsque deux solutions de concentrations différentes sont séparées par une membrane semi-perméable (diamètre des pores 50 nm), l'eau passe de la solution la moins concentrée vers la solution la plus concentrée. Il en découle une augmentation de la pression exercée sur la membrane par la solution la plus concentrée. Ce phénomène, appelé Osmose, se poursuit jusqu'à ce que l'augmentation de pression soit suffisante pour empêcher le passage de l'eau.

1.5.3 Description d'une station de traitement d'eau

A titre d'exemple, on se base sur la station de traitement d'eau d'IMC.

IMC dispose de plusieurs stations de traitement d'eau. Les cas de corrosions ont été signalés au niveau de l'une de ces unités, c'est l'unité Biolyse 4, qui a fait l'objet du stage.

La station contient une bache d'eau et une salle de pompage qui alimente la station de traitement d'eau. La station possède deux circuits d'eau destinés à différents usages [2] :

1.5.3.1 Circuit process ou circuit de production d'eau pure

- Un filtre fin (degré de filtration 100µm)
- Un filtre multimédia
- Cartouche filtrante (degré de filtration 10µm)
- Adoucisseur
- Cartouche filtrante (degré de filtration 5µm)
- Osmose inverse (suppression des impuretés et des dissouts).
- Dégazage membranaire
- Electrodéionisation (suppression des composants électrostatiques de l'eau : les ions, particules ionisable)
- Un distillateur, et une boucle d'eau pour produit injectable.

A la sortie de l'électrodéionisation on dispose d'une eau purifiée.

1.5.3.2 Circuit d'utilité

- Un filtre de 135 μ m, (filtre à lavage inversé)
- Un filtre multimédia (100 à 25 μ m).
- Un adoucisseur.
- 03 cuves d'eau glacée, chacune est reliée à un groupe de froid, et alimente un ou plusieurs équipements.
- Une bêche d'alimentation chaudière.

Dans notre étude, nous nous intéressons sur le circuit d'utilité. La figure 1 est un schéma explicite de la station de traitement d'eau biolyse 4 d'IMC :

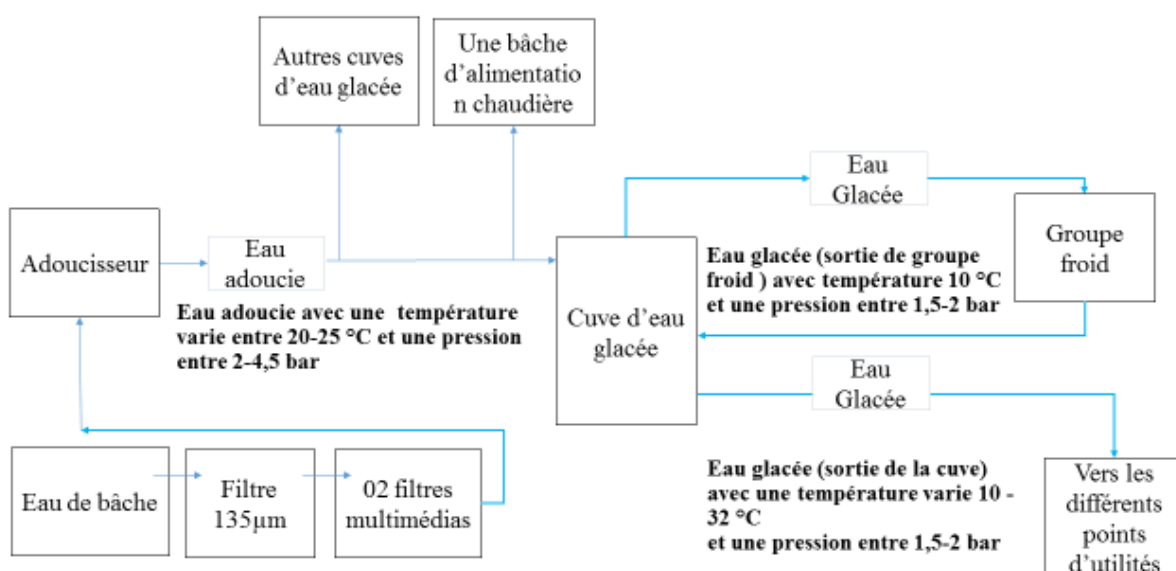


Figure 1-1. 1 : Schéma du circuit de la canalisation de l'eau utilité.

➤ Fonctionnement de circuit utilité :

Sur le circuit utilité illustré par la figure 1, l'eau de bêche (eau brute) passe par un prétraitement de filtration de 135 μ m et un Filtre multimédia de degré de porosité plus fine.

Par la suite l'eau filtrée passe par un adoucisseur cette eau alimente les trois cuves d'eau glacée et la bêche d'Alimentation chaudière.

La température d'eau adoucie alimentant les équipements des utilités est comprise entre 20-25°C, et la pression est comprise entre 2-4,5 bar, selon la demande d'eau adoucie par les équipements des utilités.

L'eau adoucie sera conditionnée en terme de température au niveau des cuves, à partir de là l'eau est nommée l'eau glacée, cette dernière sert à alimenter les groupes de froid qui sont en circuit fermé avec la cuve (l'eau glacée à la sortie du groupe froid est à la

température de 10 °C et à la pression entre 1,5-2 bar) et sert aussi à alimenter les différents équipements d'utilités, sur cette canalisation la température de l'eau glacée varie entre 10 -32 °C et de pression entre 1,5-2 bar.

1.6 Contrôle de qualité d'eau au sein d'une entreprise

Il est recommandé de maîtriser la qualité de l'eau d'appoint d'une application donnée, ainsi que l'évolution de la qualité d'eau dans chaque application.

Pour cela chaque entreprise effectue une série de contrôle de qualité de l'eau.

On se limitant sur notre cas d'étude, pour d'écrire certain nombre de contrôle. IMC dispose de laboratoires hautement performants permettant un contrôle de la qualité de toutes ses productions, en particulier la qualité de l'eau de ses stations. Les productions sont aussi validées par un laboratoire étatique LNCPP (laboratoire National de Contrôle des Produits Pharmaceutiques).

Voici quelques contrôles de qualité d'eau à effectuer et les spécifications internes de la société IMC [2] :

1.6.1 Contrôle de l'eau brute

1. Contrôle de l'aspect : limpide, incolore, inodore.
2. Mesure de la Conductivité (à 25°C), <1250 µs/cm.
3. Mesure de pH doivent être comprise entre 6.5 et 9.
4. Dosage des chlorures < 500ppm.
5. Dosage des substances oxydables, la solution reste colorée en rose.
6. Dosage d'ammonium <4ppm.
7. Dosage nitrates <500ppm.
8. Titre alcalimétrique (TA) < 0 °F.
9. Titre alcalimétrique complet (TCA) <35 °F.
10. Titre hydrotimétrique (TH) entre 10-50 °F.

1.6.2 Contrôle de l'eau adoucie et l'eau glacée

1. Contrôle de l'aspect : limpide, incolore, inodore.
2. Mesure de pH doivent être comprise entre 6.5 et 9.
3. Dosage des chlorures <500 ppm.
4. Mesure de titre hydrotimétrique <0.5 °F.
5. Mesure de la Conductivité (à 25°C).

1.6.3 Contrôle de la vapeur condensée des chaudières et de l'eau de bûche d'alimentation

- 1- Aspect : liquide limpide sans matières en suspension ni mousse.
- 2- Mesure de la conductivité (à 25°C) < 8ms/cm
- 3- Mesure de pH doivent être comprise entre 10.5 et 12.
- 4- Titre alcalimétrique (TA) entre 30 et 70 °F.
- 5- Titre alcalimétrique complet (TCA) entre 80 et 120 °F.
- 6- Titre hydrotimétrique <1 °F.
- 7- Densité <1.003 g/l.
- 8- Dosage des chlorures.
- 9- Dosage des phosphates <30 mg/l.

1.6.4 Contrôle de l'eau purifiée

- 1- Contrôle de l'aspect : limpide, incolore, inodore.
- 2- Mesure de la conductivité (à 20°C) < 4.3µs/cm.
- 3- Dosage des substances oxydable.
- 4- Dosage des métaux lourds (limite 0.1ppm).
- 5- Dosage des nitrates (limite 0.2ppm).

Chapitre 2 **Les aciers inoxydables**

2.1 Introduction

Les aciers sont connus pour leur mauvaise résistance à la corrosion, c'est ce qui a poussé les chercheurs à trouver un moyen pour les protéger, en utilisant généralement deux types de protection : soit par l'ajout des éléments d'additions ou par le dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini. Jusqu'à la découverte des aciers inoxydables qui regroupent ces deux types de protection,

Les aciers inoxydables comprennent un ensemble de familles d'alliages à base de fer, dont la principale propriété est la résistance à la corrosion. Toutefois, bien qu'on les qualifie inoxydables, ces aciers ne sont pas dans tous les cas totalement exempts d'une possibilité de corrosion. Le chrome est l'élément essentiel qui a des teneurs supérieures à 11%, rend l'acier inoxydable en favorisant, en milieu oxydant, la formation d'un film passif à sa surface [4].

2.2 Structure et composition chimique

Les différents types d'aciers inoxydables se distinguent essentiellement par leur structure cristallographique. Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer α . A partir de 910 °C, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C pour donner le fer dont la structure est cubique centrée. L'addition des éléments d'alliage modifie en effet la structure cristallographique du fer [5].

Les éléments d'alliages se répartissent en deux catégories : ceux qui favorisent le maintien du fer α et ceux qui stabilisent le fer γ .

2.2.1 Action du chrome : système Fe-Cr

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré, est un stabilisateur de fer α , et élargit son domaine d'existence [6]. Il constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type $(Fe,Cr)_2O_3$ et d'hydroxyde $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$ dans le film passif [7].

Le diagramme d'équilibre Fe-Cr (figure 1) montre les différents domaines qui peuvent exister en fonction de la teneur du chrome.

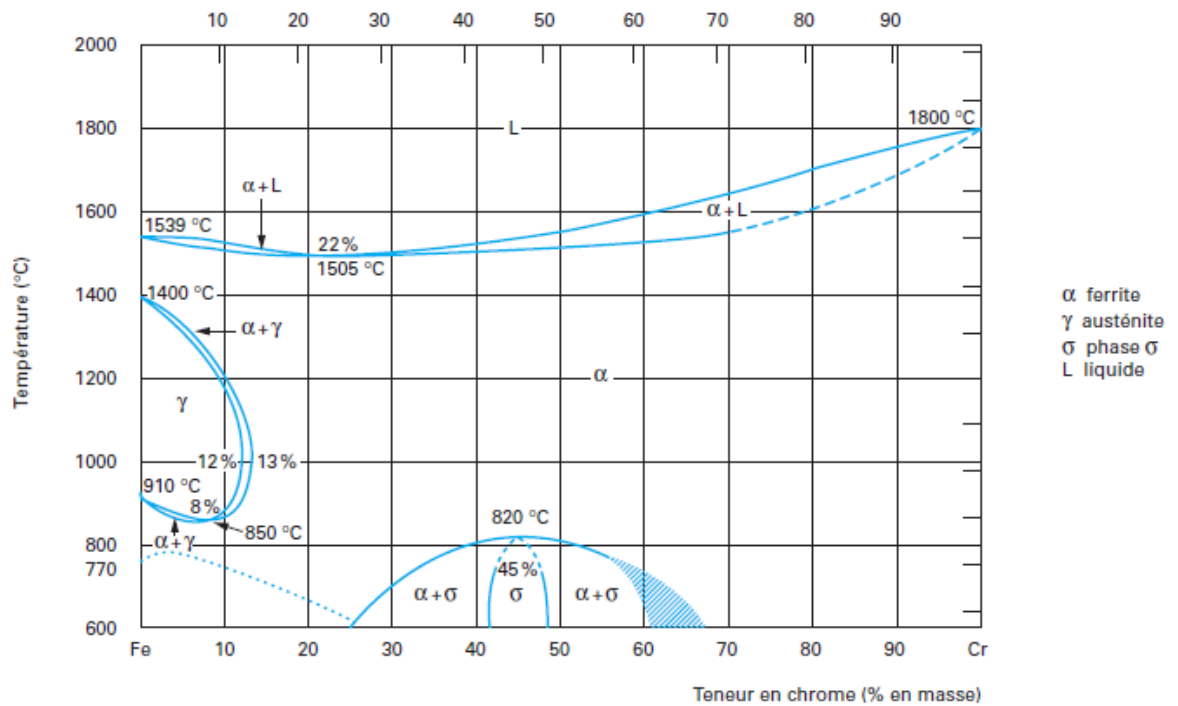


Figure 2-1: Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [5].

On peut délimiter différentes régions de teneurs en chrome [5] :

- * Pourcentage de Cr < 13% : ces alliages ont la possibilité d'être austénisés totalement ou partiellement et peuvent donc se transformer. L'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « Boucle γ ».
- * Pourcentage de Cr > 13% : ces alliages sont ferritiques à toutes températures et ne peuvent pas donc subir de trempe martensitique.
- * Pour des teneurs élevées en chrome, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermétallique, dure et fragile, dite phase sigma (σ). Cette phase sigma peut apparaître autour de la composition 50/50 (entre 45 et 55%), et elle peut précipiter aux joints de grains ferritiques α en rendant fragile l'alliage dans le cas de fortes teneurs en chrome.

2.2.2 Action du carbone : système Fe-Cr-C

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation de carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse [4]. Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique γ . Cela est illustré dans la figure 2 :

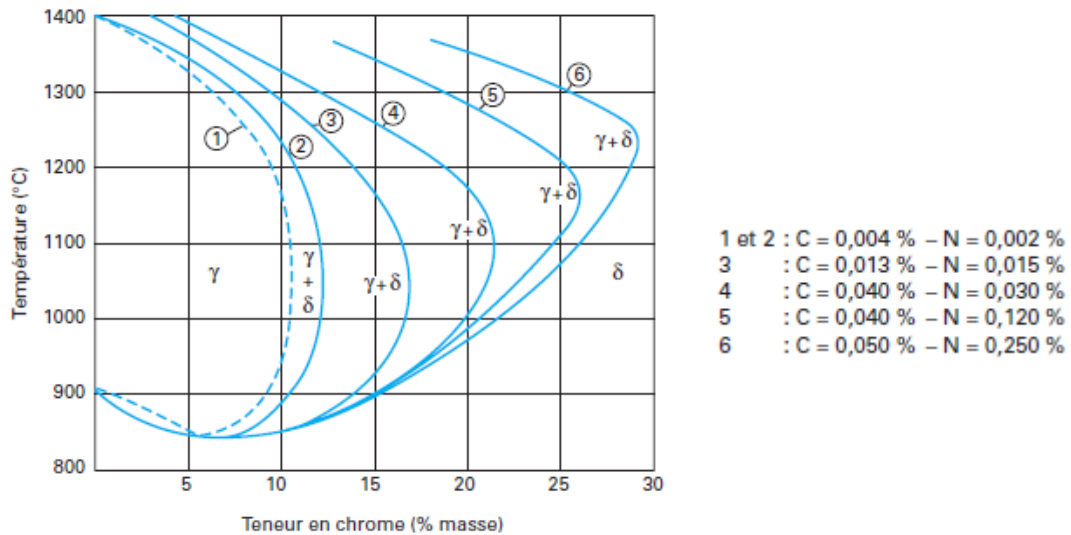


Figure 2-2 : Influence de la somme des éléments carbone et l'azote sur les domaines austénitiques [5].

2.2.3 Action du nickel : système Fe-Cr-Ni

Le nickel, de structure cubique à faces centrées favorise l'extension du domaine austénitique. Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension [6]. Comme le carbone, le nickel élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr. Mais il est remarquable qu'il faut une teneur beaucoup plus importante en nickel pour élargir la boucle γ qu'il en faut avec l'addition du carbone. Ceci démontre que le carbone a un pouvoir gammagène beaucoup plus prononcé que celui du nickel [4]. La figure 3 présente le diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.

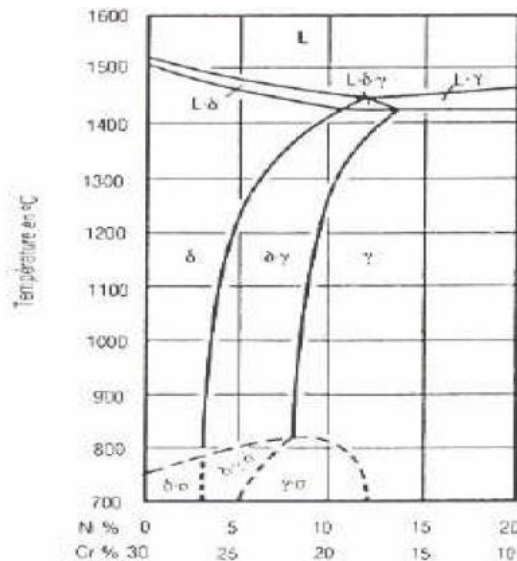


Figure 2-3 : Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% de Fe [8].

La figure 4 montre l'effet du nickel sur l'extension de la boucle γ

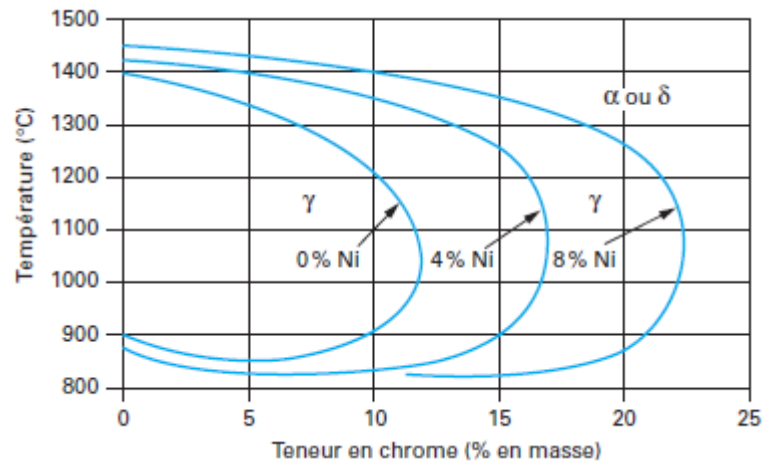


Figure 2-4 : Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel [5].

2.2.4 Actions des éléments alphagènes

- Molybdène : il améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en milieux réducteurs. En présence d'ions halogènes, il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud [8].
- Silicium : il améliore la résistance à l'oxydation à chaud. A teneurs élevées, il augmente la résistance à la corrosion, par exemple en milieux concentrés d'acide nitrique [8].
- Niobium : c'est un formateur de ferrite, il s'oppose à la corrosion intergranulaire grâce à sa forte additivité pour le carbone.
- Titane : il se combine dans les aciers ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intercrystalline [5,8].
- Aluminium : utilisé dans les alliages réfractaires, il se comporte comme le silicium. En présence du nickel, il peut former des composés dont la précipitation provoque des durcissements structuraux [6].
- Vanadium : il n'intervient qu'en faible quantité dans les aciers martensitiques au chrome par formation de carbures pour rendre les aciers insensibles à la surchauffe. De plus, il élève la résistance mécanique à chaud [8].

2.2.5 Actions des éléments gammagènes :

- Azote : élément gammagène puissant, contribue à stabiliser l'austénite. L'ajout de l'azote augmente plus que toute autre addition la limite d'élasticité. De plus, des teneurs croissantes augmentent la résistance à la corrosion localisée par piqûres et à la corrosion inter-granulaire, la précipitation du nitrure Cr_2N moins riche en chrome que $Cr_{23}C_6$ provoquant un appauvrissement en chrome plus faible au voisinage des joints de grains par rapport au carbone [4,8].

- Manganèse : il ne favorise pas l'extension du domaine austénitique, mais contribue à la stabilité de l'austénite par la formation de sulfure de manganèse. Il rend plus difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors de sollicitation mécanique aux basses températures.
- Cuivre : il améliore la résistance à la corrosion, et augmente l'aptitude à la frappe [8].

2.3 Les différents types d'aciers inoxydables :

La classification des aciers inoxydables dépend essentiellement de leur structure puisque leurs propriétés mécaniques sont en corrélation directe avec celle-ci.

Remarquons que du point de vue de la corrosion, les structures les plus favorables sont celles qui ne présentent qu'une seule phase homogène (ferrite, austénite) car la présence de deux constituants dans un acier placé dans un milieu de corrosion peut donner naissance à des effets de piles [4].

Cependant, l'utilisation en milieu corrosif des aciers inoxydables ayant des structures hétérogènes à plusieurs phases (austénite + ferrite, martensite + ferrite), n'est surtout pas à négliger.

Quatre grandes familles d'aciers inoxydables peuvent être distinguées :

2.3.1 Les aciers martensitiques

Les aciers martensitiques contiennent en moyenne 12 à 17% de chrome, 0.10 à 1.10% de carbone et parfois des additions de nickel, de molybdène et éventuellement de soufre, en vue d'améliorer l'usinabilité. Ils sont, en règle générale, utilisés à l'état trempé et revenu, état dans lequel ils présentent des caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion optimale.

La trempe de ces aciers est caractérisée par un mécanisme de transformation relativement simple, un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à vitesse appropriée, dans le but de réaliser une transformation martensitique. L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées [8].

La résistance à la corrosion de ces aciers, bien qu'inférieure à celle des aciers ferritiques et austénitiques, est bonne à l'air, aux solutions salines à caractères oxydant et aux produits alimentaires. Ils sont surtout utilisés en coutellerie et pour les pièces mécaniques fortement sollicitées, soumises à des actions corrosives [9].

2.3.2 Les aciers ferritiques

Les aciers ferritiques contiennent 12 à 20 % de chrome et les super-ferritiques, plus de 20% de chrome, d'où leur résistance à la corrosion élevée. Ils possèdent des propriétés mécaniques intéressantes et notamment une limite d'élasticité assez élevée [8]. Ces aciers ont une structure identique à celle du fer α (cubique centré) et en principe ils la conservent à toute température, en particulier à l'ambiante, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.

Comme éléments d'alliage complémentaires, on préfère additionner ceux qui stabilisent la ferrite comme par exemple le molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion.

De plus, ces aciers sont magnétiques et peuvent être durcis modérément par écrouissage mais non par traitement thermique. On les utilise sous forme d'enjoliveurs sur les automobiles et comme matériau de construction pour les usines d'acide nitrique synthétique [3].

2.3.3 Les aciers austénitiques

Ces aciers ont à l'ambiante une structure austénitique. Cette structure est cubique à faces centrées, non magnétiques et se déforme facilement. Ces aciers présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17 % et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général, au moins 8 % de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toutes températures [4].

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une grande stabilité structurale qui rend possible leur utilisation dans un large domaine de température. Ils ne sont pas durcis par la trempe mais par écrouissage. De plus, leur résistance aux différents modes de corrosion est meilleure que celle des aciers des deux classes précédentes. Cette résistance est améliorée par la présence de teneur croissante en molybdène [9].

Les aciers austénitiques offrent une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les valeurs typiques d'allongements à la rupture se situent entre 40 et 50% et sont ainsi pratiquement le double de celles des aciers ferritiques, martensitiques et austéno-ferritiques [8]. Leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais de caractère de rupture fragile.

2.3.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (Duplex)

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en Chrome (25% et plus) et des teneurs relativement basses en Nickel (5%) [5]. Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers « duplex ». Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique).

Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid. Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte [4].

2.4 Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques Fe-Cr-Ni (série 300 selon ASTM) sont les aciers les plus répandus dans le marché, ceci est dû à leurs structure cubique à faces centrées qui leur confère de nombreux avantages en terme de propriétés mécaniques. Pour appartenir à ce groupe, la somme des teneurs en chrome et nickel doit être supérieure à 26% afin d'obtenir une structure totalement austénitique à température ambiante comme le montre le diagramme Fe-Cr-Ni vu auparavant, on retrouve le plus souvent les combinaisons 18/8 et 18/10 avec une très faible teneur en carbone (<0,06%), il existe 50 nuances d'acier inoxydable austénitique selon la norme NF EN 10088-1 CIJ [10].

2.4.1 Quelques types des aciers inoxydables austénitiques

2.4.1.1 Le type INOX 304 :

C'est le type d'acier inoxydable le plus couramment utilisé en dépit de sa qualité d'usinage acceptable. Il a tout de même une bonne résistance à la corrosion et bonne soudabilité. Son formage à froid donne de très bons résultats (légèrement magnétique lorsqu'il est travaillé à froid). Il est très utilisé dans les hôpitaux, blanchisseries, et de nombreuses applications mécaniques en général [11].

2.4.1.2 Le type (INOX 303) :

Comme tous les aciers austénitiques, il est amagnétique.

Ce type contient du soufre ce qui facilite son usinage, il a une bonne résistance à la contorsion mais sa soudabilité est médiocre. Son formage à froid est possible mais en évitant les coudes avec des angles vifs [11].

2.4.1.3 Le type (INOX 316L)

Il a une résistance élevée à la corrosion, surtout pour l'eau salée et les acides et une bonne soudabilité mais sa qualité d'usinage reste acceptable. Son formage à froid donne de bons résultats (Amagnétique une fois recuit, légèrement magnétique lorsqu'il est travaillé à froid) [11].

2.4.1.4 Le type (INOX 321)

Il a une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation ainsi qu'une très bonne soudabilité, néanmoins son usinabilité reste acceptable. Son formage à froid quant à lui, donne de bons résultats (amagnétique une fois recuit, légèrement magnétique lorsqu'il est travaillé à froid) il est utilisé dans la pétrochimie, toutes applications mécaniques en général [11].

2.5 Propriétés des aciers inoxydables austénitiques

On résume quelques propriétés des aciers AISI 300 dans le tableau suivant :

Tableau 2-1 : Propriétés des aciers inoxydables austénitiques [12].

Dénomination		Re 0,2 0,2% limite d'élasticité MPa	Re _m Résistance à la traction MPa	A Allongement %	Dureté HRB	Coefficient de dila- tation moyen à 20 °C 10 ⁻⁶ K ⁻¹ 20 – 400 °C
EN	AISI / ASTM					
Aciers inoxydables austénitiques						
1.4301	304	210 - 230	520 - 720	45	80	17,5
1.4306	304L	200 - 220	500 - 670	45	79	18,0
1.4436	316	220	530 - 730	40	-	17,5
1.4404	316L	220 - 240	520 - 680	45 - 40	79	17,5
1.4541	321	200 - 220	500 - 720	40	80	17,5
1.4450	347	200 - 220	500 - 720	40	85	17,5

2.6 La mise en œuvre des aciers inoxydables austénitiques (déformation plastique)

La formabilité est l'aptitude d'un matériau à être mis en forme, sa capacité à subir une déformation importante sans déchirure lors de laminage ou d'emboutissage profond par exemple. La formabilité du matériau est d'autant plus élevée que sa capacité d'écrouissage est élevée. C'est cette dernière qualité qui est mise à profit dans le cas de ces aciers [14, 15].

Les aciers inoxydables austénitiques se prêtent remarquablement à l'étirage profond et au laminage à froid. La limite conventionnelle d'élasticité est nettement améliorée par l'écrouissage et peut atteindre des valeurs dépassant 1500, voire 2000 MPa pour des taux de déformation de l'ordre de 50 % [13]. D'autre part, ces aciers se distinguent par leur ténacité par rapport aux aciers ferritiques et martensitiques comme le montre la figure suivante :

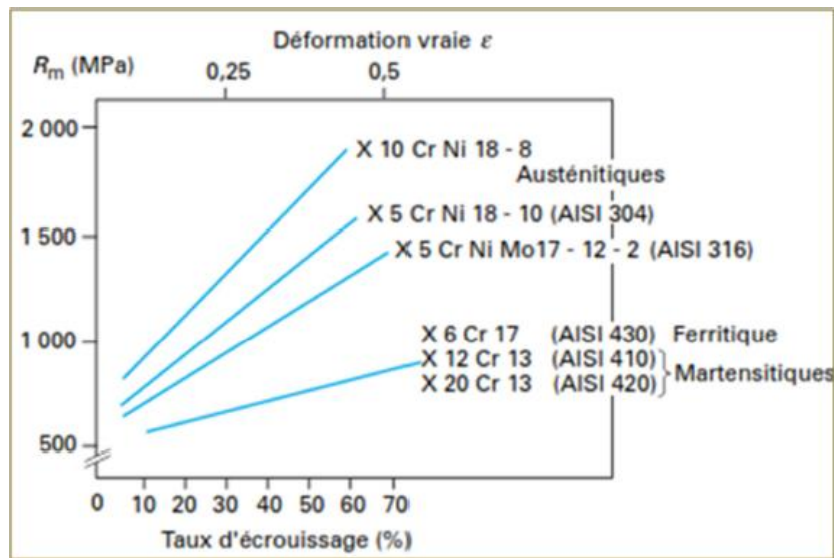


Figure 2-5: La variation de la limite d'élasticité en fonction des taux d'écrouissage des aciers inoxydables.

2.6.1 Les conséquences de la déformation plastique

2.6.1.1 Densité de défauts

La déformation plastique augmente considérablement la densité de défauts à l'intérieur de la structure cristalline. Elle engendre, en particulier, la création et la propagation de dislocations, à chaque dislocation est associé un champ de contraintes à longue distance qui rend le glissement des dislocations de plus en plus difficile au fur et à mesure que la déformation progresse.

2.6.1.2 Transformation martensitique

On distingue deux températures de transformation martensitique de l'austénite instable :

- La première : M_s , correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique.

Par refroidissement rapide depuis 1050 et 1100°C, la transformation de l'austénite (structure CFC) en martensite α' (structure CC) débute à partir de la température M_s , cette transformation se manifeste par l'apparition brutale de la martensite formée selon un mécanisme de cisaillement.

Tous les éléments en solution solide dans l'austénite abaissent la température M_s
En effet [8,13] :

$$M_s = 502 - 810 (C\%) - 1230 (\%N) - 13 (\%Mn) - 30 (\%Ni) - 12 (\%Cr) - 54 (\%Cu) - 6 (\%Mo)$$

- La seconde : M_d , caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

Une température M_d est définie, à laquelle une transformation martensitique partielle est possible sous l'effet d'une contrainte. Des relations empiriques spécifiques indiquent ces températures particulières, par exemple M_{d30} est la température de formation de la martensite sous une déformation de 30% entraînant 50% de martensite. La température de formation de la martensite dépend des éléments d'alliage (en pourcentages massiques), on peut l'évaluer à l'aide de la formule suivante :

$$M_{d30} (^\circ C) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9.2 (\%Si) - 8.1 (\%Mn) - 13.7 (\%Cr) - 20 (\%Ni) - 18.55 (\%Mo).$$

En résumé, la transformation martensitique peut avoir deux origines différentes : une origine thermique (transformation par refroidissement) et une origine mécanique (transformation induite par la déformation plastique). La figure 6 montre la fraction volumique de la martensite qui varie en fonction de la température et de la déformation plastique.

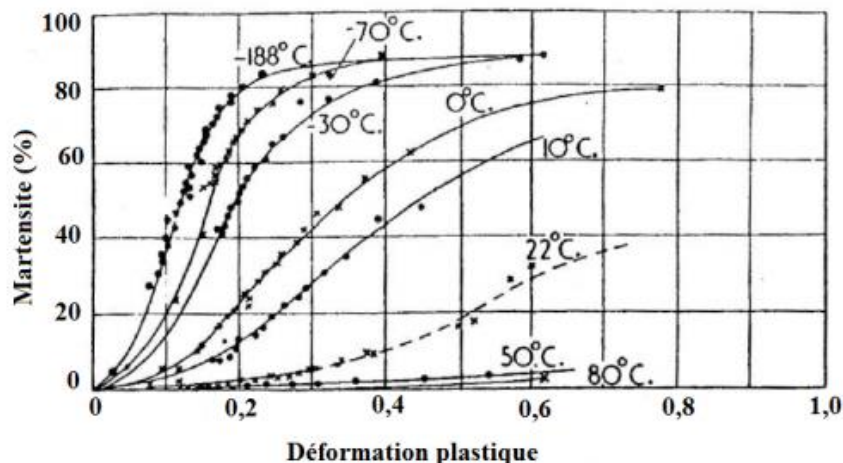


Figure 2-6: Fraction volumique de martensite en fonction de la déformation plastique à des températures allant de -188 °C à 80 °C pour un acier inoxydable 304 [15].

2.7 L'acier AISI 316L

La désignation 316L (1.4404 selon EN) est une désignation d'ASTM Internationale qui est un organisme de normalisation qui rédige et produit des normes techniques concernant les matériaux. La différence entre le 316 et 316L réside dans la teneur en carbone, avec « L » signifiant « Low carbon », généralement une teneur inférieure à 0.03 [4].

Le 316L est un acier inoxydable contenant 16.5 à 18.8% de chrome, 10 à 13% de nickel et entre 2-2.5% de molybdène, cette dernière améliore la résistance à la corrosion, en particulier dans les environnements chlorés. La faible teneur en carbone de l'alliage 316L lui confère une meilleure résistance à la corrosion dans les structures soudées [4,11].

Cette nuance est utilisée le plus souvent pour le cas d'environnement suffisamment corrosif (dans le cas des soudures ou une possibilité de corrosion inter-granulaire).

Les aciers inoxydables 316L sont utilisés dans de nombreux domaines, allant des pipelines dans le désert, aux instruments médicaux dans les hôpitaux, mais leur utilisation reste limitée pour les cas spéciaux, où le risque de corrosion est fort présent. Par conséquent leur utilisation est très répandue dans les usines chimiques et pétrochimiques, dans l'architecture, l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique [8].

2.8 Conclusion

Il existe une assez large gamme d'aciers dits inoxydables, qui diffèrent de par leurs compositions chimiques. Le chrome est l'élément d'alliage essentiel de tous ces aciers et c'est lui qui leur attribue leur caractère inoxydable. Les propriétés mécaniques de ces alliages ne sont pas à la hauteur de leur résistance à la corrosion mais restent bonnes et acceptables même à basse température.

Chapitre 3: **LA CORROSION DES ACIERS
INOXYDABLES**

3.1 Introduction

La corrosion bien que c'est un phénomène très complexe, peut être définie de manière simple comme étant la dégradation du métal par action du milieu environnant, elle est liée à la nature du métal, aux conditions d'emploi et au temps [16].

La corrosion traite la réaction entre un métal et un réactif. Si ce dernier est liquide, on parle de corrosion en solution ; s'il est gazeux, il s'agit de la corrosion sèche. La corrosion en solution (humide) ou la corrosion en solution peut avoir différentes sources : corrosion chimique, corrosion électrochimique, corrosion biologique [17].

3.2 La corrosion humide

3.2.1 La corrosion chimique

Il s'agit d'une réaction hétérogène entre une phase solide, le métal et une phase liquide. Lors le contact il se produit une attaque du métal avec formation d'un produit de corrosion à sa surface même. Il est très difficile de donner des exemples de corrosion purement chimique puisque le plus souvent elle est accompagnée de corrosion électrochimique [17].

3.2.2 Corrosion électrochimique

Elle se produit lorsqu'il existe une hétérogénéité, soit dans le métal (hétérogénéité de la microstructure du matériau), soit dans le réactif (milieu). L'existence de ces hétérogénéités détermine la formation d'une pile, un courant électrique circule entre anodes et cathodes et les zones qui constituent les anodes sont attaquées [17].

3.2.3 Corrosion biochimique

Tous les phénomènes de corrosion où des bactéries, agissant directement ou par l'intermédiaire des substances provenant de leur métabolisme, jouent un rôle primordial, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant les conditions favorables à son établissement [3]

C'est l'attaque bactérienne des métaux en particulier dans les canalisations enterrées [17].

3.3 Principaux facteurs de corrosion

La corrosion étant un problème d'interface métal/milieu, il est possible de classer les facteurs qui influencent les processus en deux grandes rubriques :

- Les facteurs liés au milieu.
- Les facteurs liés au métal

3.3.1 Facteurs liés au milieu

Dans cette catégorie on peut classer les différents facteurs selon leurs natures :

- Chimique : L'oxygène, pH, conductivité.
- Physique : vitesse d'écoulement, température, pression.

3.3.1.1 Influent de l'oxygène

L'oxygène joue un rôle important dans les mécanismes de corrosion du fer et des alliages de fer en milieu aéré. La concentration en oxygène dissous dans l'eau est très variable puisqu'elle dépend des facteurs physiques tel que la pression et la température, des facteurs chimiques comme la concentration des autres constituant de l'eau.

La solubilité de l'oxygène décroît lorsque la température et la salinité augmentent, mais elle s'accroît avec la pression [3].

3.3.1.2 Influence du PH

Le pH de la solution est un facteur susceptible d'affecter la stabilité du film passif [11]. La présence d'anions formant des composés solubles avec un métal augmente le pouvoir corrosif de l'eau face à un métal, tandis que la présence d'anions formant des composés insolubles peut en augmenter la passivité.

3.3.1.3 La conductivité

La conductivité ou la résistivité du milieu corrosif limite la distance sur laquelle le couplage est effectif. Cependant, la forte conductivité des milieux implique que la résistivité de l'électrolyte va jouer un rôle mineur dans la cinétique des réactions de corrosion [16].

3.3.1.4 La température

Généralement, l'augmentation de la température accélère les phénomènes de corrosion car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère les cinétiques de réactions et de transport. L'importance de son influence diffère cependant en fonction du milieu corrosif [17].

3.3.2 Les facteurs liés au métal

Ce sont les facteurs métallurgiques, ils sont nombreux et ont de grandes influences sur les processus réactionnels de la corrosion. On site :

- La composition de l'alliage, impuretés, caractéristiques cristallographiques (type de structure à l'échelle du réseau et de la dimension des grains).
- Traitements thermiques, traitements mécaniques, traitement de surface.

3.4 Les différents types de corrosion

On rencontre régulièrement certains types de corrosion des aciers inoxydables, on peut les classés comme suit :

3.4.1 La corrosion uniforme

La corrosion uniforme constitue la dissolution quasi uniforme de tous les points constitutifs de la surface d'un matériau qui sont attaqués sensiblement à la même vitesse par le milieu corrosif [17].

La corrosion uniforme se rencontre le plus fréquemment lorsque l'acier inoxydable est en contact avec des acides tels que : l'acide sulfurique, l'acide nitrique, l'acide

phosphorique, etc. Avec ce type de corrosion, on peut exprimer la corrosion par la perte de masse m (g) en fonction du temps sous la forme de la relation [18]:

$$\Delta m = \frac{M \cdot i}{n \cdot F} : \text{c'est la loi de Faraday}$$

3.4.2 La corrosion localisée

3.4.2.1 La corrosion par piqûres

Sur la surface du métal, on ne voit que des petits points, mais en dessous, il y a une cavité bien plus importante. Ceci entraîne à terme la perforation de la pièce et sa fragilisation. La trace extérieure de corrosion est quasiment indétectable.

Le mécanisme de cette attaque se déroule sur deux stades : l'amorçage est suivi de la propagation des piqûres.

La formation d'une piqûre comprend une première phase d'amorçage qui correspond en réalité à une évolution locale du film passif. Plusieurs mécanismes liés à la présence de certains anions comme Cl^- , Br^- , I^- peuvent être à l'origine de ces modifications.

En résumé le mécanisme de piqûration se fait par :

- Adsorption d'ion à l'interface métal / solution
- Pénétration des ions dans le film et formation de chlorures
- Accélération de la dissolution anodique par formation d'un composé du type MCl_n par exemple.

Ces modifications entraînent une diminution locale de la résistance de la couche passive correspondante, par conséquent une augmentation du courant de passivité jusqu'au déclenchement de la piqûre.

3.4.2.2 La corrosion intergranulaire (CIG)

C'est une attaque sélective aux joints de grains. Souvent, il s'agit de phases qui précipitent lors d'un traitement thermique. Pour les aciers inoxydables austénitiques, le cas le plus fréquent de corrosion intergranulaire pour ces aciers est consécutif à un traitement thermique à température moyenne (600 à 800° C selon sa teneur en carbone) pouvant être dû à une opération de soudage et qui provoque une précipitation de carbures de chrome $Cr_{23}C_6$ aux joints de grains [18,19].

3.5 La passivité des aciers inoxydables

La passivation correspond à la transformation d'une surface active en cours de corrosion en une surface quasi inactive par formation d'une couche de passivation.

Ce phénomène de passivité se caractérise par la présence d'un film très mince (épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm), appelé film passif ou couche passive, à la surface de l'alliage métallique qui rend sa vitesse de corrosion négligeable. Le film passif, fortement solidaire du substrat métallique, empêche ou rend insignifiant le contact entre l'alliage et les agents plus ou moins agressifs du milieu environnant. Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, et se maintenir, il est nécessaire que l'alliage fer-chrome ait une teneur minimale en chrome de l'ordre de 11 %.

Chapitre 4: **MATERIELS ET METHODES**

EXPERIMENTALES

4.1 Introduction

Il s'agit d'étudier le comportement d'une canalisation (les parties des coudes) en acier inoxydable 316L dans des types d'eaux qui diffèrent par leurs compositions chimiques (pH, la conductivité, les chlorures...etc.)

Dans ce chapitre, nous exposons la démarche et les méthodes expérimentales utilisées afin de mener à bien notre travail. Il est subdivisé en quatre parties :

- La première partie, est consacrée à la caractérisation métallographique qui a pour objet de définir la composition chimique de l'acier étudié, ainsi que le choix du prélèvement sur la canalisation de la station.
- La deuxième partie, décrit les caractéristiques chimiques des milieux étudiés.
- La troisième partie, est destinée aux méthodes expérimentales utilisées dans notre étude.
- La quatrième partie, est destinée aux méthodes d'analyses effectuées sur les différents résultats expérimentaux.

Les différents essais présentés dans ce chapitre ont été effectués au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique.

4.2 Prélèvement et préparation des échantillons

4.2.1 Echantillonnages

Pour la mise en place d'une canalisation quelconque on utilise des soudures et des coudes afin de joindre les tubes, ce sont des points sensibles en termes de corrosion.

Sur la canalisation de l'eau utilité les cas de corrosion ont été repéré effectivement au niveau des zones soudées et des coudes.

Pour cet effet, les échantillons ont été prélevés d'un coude de la canalisation. Le tableau suivant résume les dimensions des tubes :

Tableau 4-1 : Les dimensions du tube de la canalisation étudiée.

	Diamètre extérieur (mm)	Epaisseur (mm)
Tube 1	110	2

4.2.2 Préparation des échantillons

Deux échantillons sont découpés du coude (figure1), le premier représente le métal de non déformé et le second représente la partie déformé (coté extérieur du coude).

Le découpage a été fait à l'aide d'une scie à métaux sous une coulée d'eau pour le refroidissement. Par la suite, un fil conducteur est collé sur les échantillons destinés aux essais électrochimiques. Enfin un enrobage est effectué pour garder une seule surface.

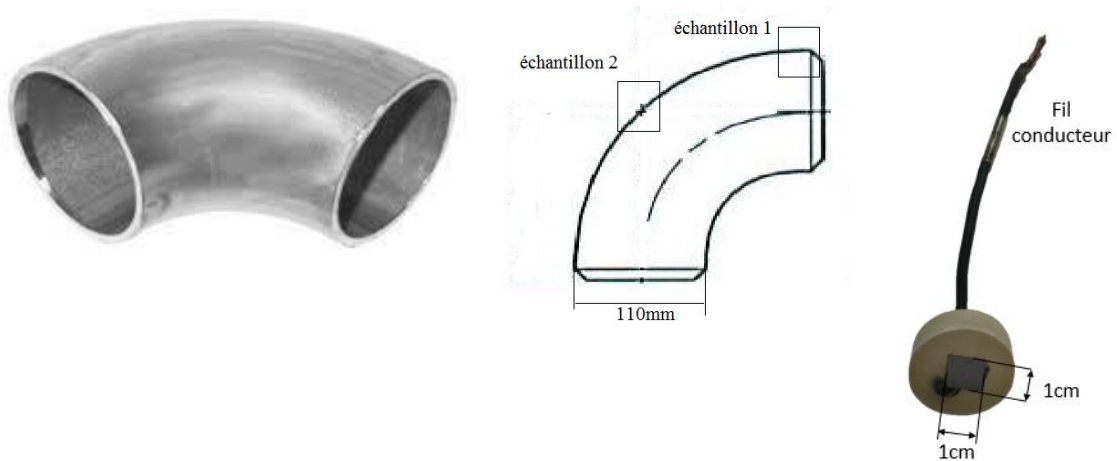


Figure 4-1 : Echantillonnage

4.2.2.1 Polissage mécanique

Les échantillons sont polis sur du papier abrasif de différentes granulométries. Nous avons utilisé les papiers 400, 600, 800, 1000 et 1200 sur une polisseuse mécanique tournant à une vitesse d'environ 150 tr/min. Pour chaque papier, le polissage est effectué pendant 2 min. Nous avons réalisé le polissage de finition sur un papier feutre imprégné de poudre d'alumine (Al_2O_3) de $0,3\mu m$, en suspension dans de l'eau distillée, pendant environ 3min. En fin de polissage, les échantillons sont rincés à l'eau distillée puis séchés.

4.2.2.2 Attaque chimique

Pour la mise en évidence de la structure de l'acier inoxydable austénitique 316L, nous avons préparé une solution dite attaque Kalling [7] contenant : 15mL d'HCl, 20mL d' HNO_3 et 15mL d'eau distillée, Nous commençons par tremper nos échantillons dans la solution pendant 120 secondes pour finir avec un lavage rapide à l'eau et un séchage au compresseur à air.

4.2.2.3 Attaque électrochimique

Le principe de l'attaque est très simple. Il consiste à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon qui est placé à l'anode du circuit électrique ce qui provoque une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. Le potentiel imposé, le temps de l'attaque et la solution utilisée dépendent de l'acier à attaquer.

Pour la mise en évidence de la morphologie des grains et les joints de grains des aciers inoxydables austénitiques on opte pour l'attaque avec la solution d'acide nitrique [7].

L'échantillon à attaquer électrolytiquement est plongé dans une solution d'acide nitrique HNO_3 69% et joue le rôle de l'anode (figure 2), La cathode étant du même matériau 316L, l'ensemble est sous une tension de 1,5Volts pendant 50-60secondes. Ensuite l'échantillon est rincé à l'éthanol puis à l'eau distillée.

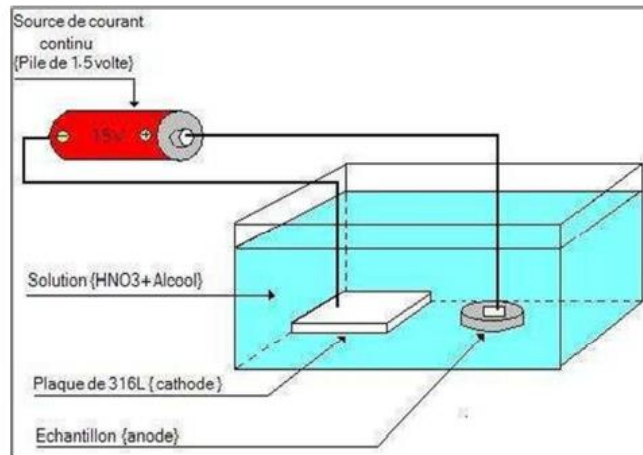


Figure 4-2 : Montage utilisé pour l'attaque électrolytique.

4.3 Caractérisation chimique et microstructurale

Pour effectuer cette étude, IMC nous a fourni des échantillons de la canalisation utilisée au sein de leur station de traitement d'eau.

Le matériau mis à notre disposition a une structure et une composition chimique connues. C'est l'acier inoxydable austénitique AISI 316L (EN 1.4404 selon la norme européenne), Sa composition chimique est montrée dans le tableau ci-dessous :

Tableau 4-2 : Teneur en éléments d'alliage du 316L en pourcentage massique.

Eléments	C	Fe	Cr	Mo	Ni	Si	Mn	P	S
%	<0.03	65	16.5-18.5	2-2.5	10-13	< 1	< 2	0.045	0.015

La figure 3 représente la microstructure de cet acier observée au microscope optique. La préparation métallographique de la surface sera décrite par la suite.



Figure 4-3 : Microstructure de l'acier 316L observée au microscope optique.

La microstructure ci-dessus, montre des grains austénitiques réguliers, elle présente aussi des joints de macles cohérents et incohérents.

La microstructure sur la photo vient conforter la nuance de l'acier désigné plus haut, à savoir l'acier inoxydable austénitique 316L.

4.4 Déformation par laminage

Afin de modifier la microstructure de notre acier, on a utilisé le laminage à froid. Le but de cette démarche est de simuler un tube déformé par cintrage afin d'obtenir la forme d'un coude. L'échantillon issu du laminage représente la partie déformée (coté extérieur du coude) mais cette fois sans traitement de normalisation, de cette façon on simule le cas extrême c'est-à-dire, une mise en forme d'un coude hors norme.

4.4.1 Choix de taux de déformation

Afin d'obtenir un taux de déformation similaire lors d'un ceintrage de coude à 90° sur le tube on se base sur une loi géométrique.

La figure 4 montre un schéma d'un coude de 90°, pour déterminer le taux de déformation sur la partie extérieure du coude, on doit disposer des longueurs des cercles nommés fibre neutre –ab- et fibre extérieure –cd-.

- Fibre neutre : $ab = \frac{\pi * N}{2}$.
- Fibre extérieure : $cd = \frac{\pi * T}{2}$ avec $T = N + \frac{D}{2}$ donc on a $cd = \frac{\pi}{2} * (N + \frac{D}{2})$

Le taux de déformation étant donné $\frac{cd - ab}{ab}$ est on trouve $\epsilon = \frac{D}{2 * N}$

Dans le cas du coude de la canalisation étudié :

$D = 110\text{mm}$, $N = 190\text{mm}$, et donc le taux est de $\epsilon = \frac{110}{2 * 190} = 29\%$.

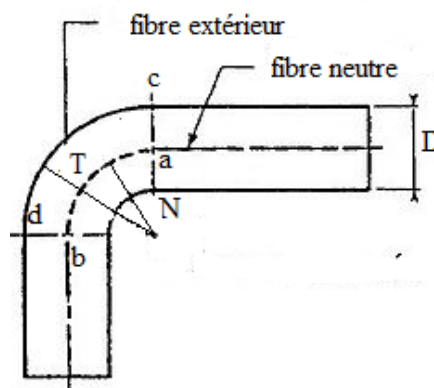


Figure 4-4: Schéma d'un coude de 90°.

4.4.2 Le procédé de laminage

Afin d'étudier l'influence de l'écroutissage sur le phénomène de corrosion, on a effectué un laminage sur un échantillon de métal sein de la canalisation.

Le laminage est un procédé mécanique qui consiste à déformer un métal, plastiquement, en réduisant son épaisseur et en augmentant sa longueur à l'aide de cylindres d'entraînement, animés d'un mouvement de rotation autour d'axes fixes, entre lesquels le métal est entraîné par frottement, l'écartement entre les deux cylindres étant inférieur à l'épaisseur initiale du métal à déformer (figure 5).

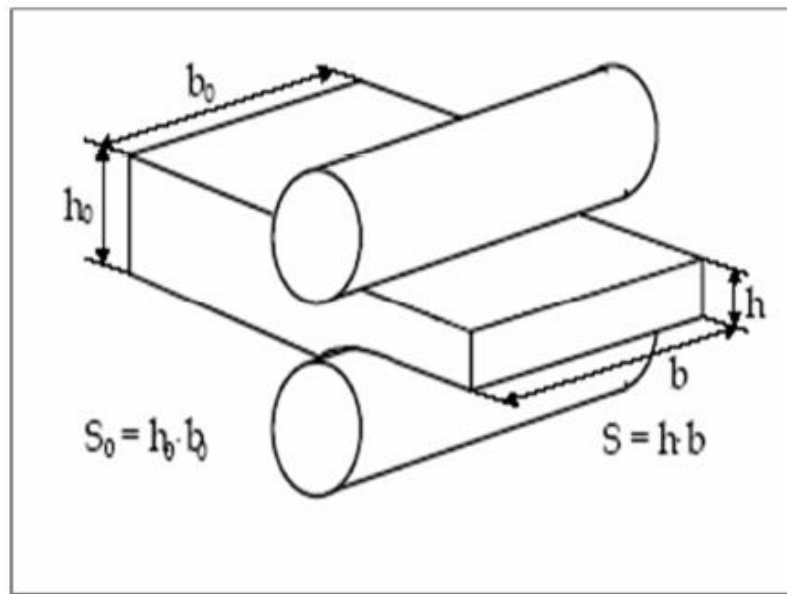


Figure 4-5: La déformation plastique dans un laminoir.

Pour l'objet de notre étude et en se basant sur le calcul précédent on a estimé le taux de déformation à 29%, qui est calculé par la relation suivante :

$$\varepsilon\% = \ln(e_0/e), \text{ tel que } e_0 = 2\text{mm}, e = 1.5\text{mm} \text{ donc on obtient } \varepsilon\% = \ln(2/1.5) = 29\%$$

En résumé, nous disposons un échantillon avec un taux de déformation de 29%.

4.5 Caractérisation chimique des milieux

Afin de simuler les conditions de travail de la canalisation étudiée, nous avons prélevé des échantillons d'eau sur les différentes zones de traitement d'eau décrites auparavant (chapitre 1) qui sont atteintes par la corrosion.

Des bulletins d'analyses effectués sur ces eaux sont fournis par l'IMC, le tableau ci-dessous résume les caractéristiques chimiques :

Tableau 4-3 : Les caractéristiques chimiques des milieux.

	Eau brute	Eau adoucie	Eau glacée
pH	7.76	7.84	7.90
Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	1310	1360	362
Chlorures (ppm)	247.7	212.3	106.1
TH °F	39.9	0	8.1

* TH : titre hydrotimétrique ou Dureté. C'est la teneur en calcium et magnésium en solution dans l'eau.

4.6 Méthodes expérimentales

Dans ce qui suit, nous allons décrire les différentes expériences effectuées lors de notre étude.

4.6.1 Essai de microdureté

Cette méthode est nécessaire pour le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques du matériau.

Pour effectuer l'essai de microdureté on utilise le micro duromètre de marque Mitutoyo (Micro Hardness Testing Machine, Mitutoyo) qui est composé d'un écran d'affichage et d'un porte-outil, contenant des lentilles de microscope et d'un pénétrateur (figure 4).



Figure 4-6 : Microduromètre.

Le pénétrateur est de type Vickers. La mesure de la dimension de l'empreinte est réalisée à l'aide d'un microscope ($\times 100$ ou $\times 400$). Il s'agit d'imprimer dans la surface de l'échantillon étudié un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au

sommet de 136° sous une charge donnée, ensuite on mesure la moyenne des deux diagonales "d" de l'empreinte laissée par le pénétrateur sur la surface comme montre la figure suivante :

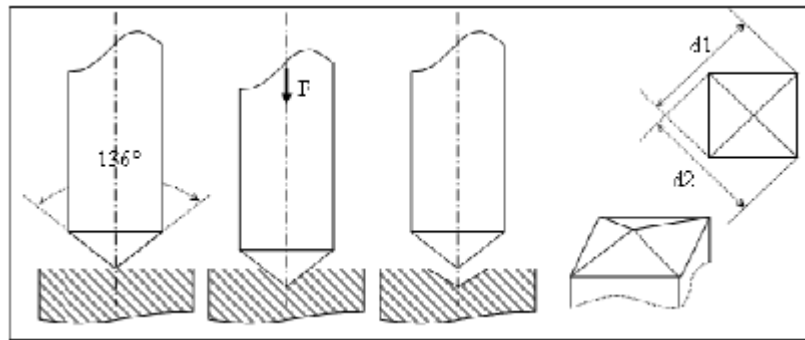


Figure 4-7 : Schématisation du Pénétrateur et de l'empreinte laissée après enlèvement de la charge.

4.6.2 Essais électrochimiques de corrosion

Afin d'étudier le comportement de notre acier (potentiel de corrosion, vitesse de corrosion), une série de tests électrochimiques est appliquée sur les différents échantillons dans les différents milieux.

Deux types d'essais sont appliqués dans notre étude :

- les essais par immersion.
- les essais par électrochimie.

4.6.2.1 Essais d'immersion

Egalement désigné par le potentiel d'abandon ou potentiel libre, il s'agit de la grandeur nécessaire à mesurer

Ce type d'essai nous permet à la fois de prévoir le potentiel de corrosion afin d'établir un intervalle de potentiel à appliquer pour le second essai et de mesurer la résistance ohmique pour les échantillons [20].

Chaque échantillon est directement immergé dans la solution maintenue à température constante (20°C) et une agitation est assurée par un barreau magnétique de forme cylindrique. Le spécimen est relié à l'électrode de référence. Dans notre cas, à l'Electrode au Calomel Saturé ($E_{ECS}=241\text{mV}/\text{ENH}$ [20]).

Le suivi du potentiel d'abandon est effectué en fonction du temps d'immersion ($E=f(t)$). La valeur a noté, est celle qui correspond à l'équilibre. Avant de se stabiliser et d'atteindre une valeur fixe, le potentiel de corrosion d'un matériau plongé dans une solution subit en fonction du temps, différentes variations relatives aux phénomènes interfaciaux qui peuvent avoir lieu.

Ces variations peuvent être aussi dues à la formation de composés insolubles ou au dégagement de gaz. Les différentes variations possibles des courbes $E = f(t)$ sont données par la figure suivante :

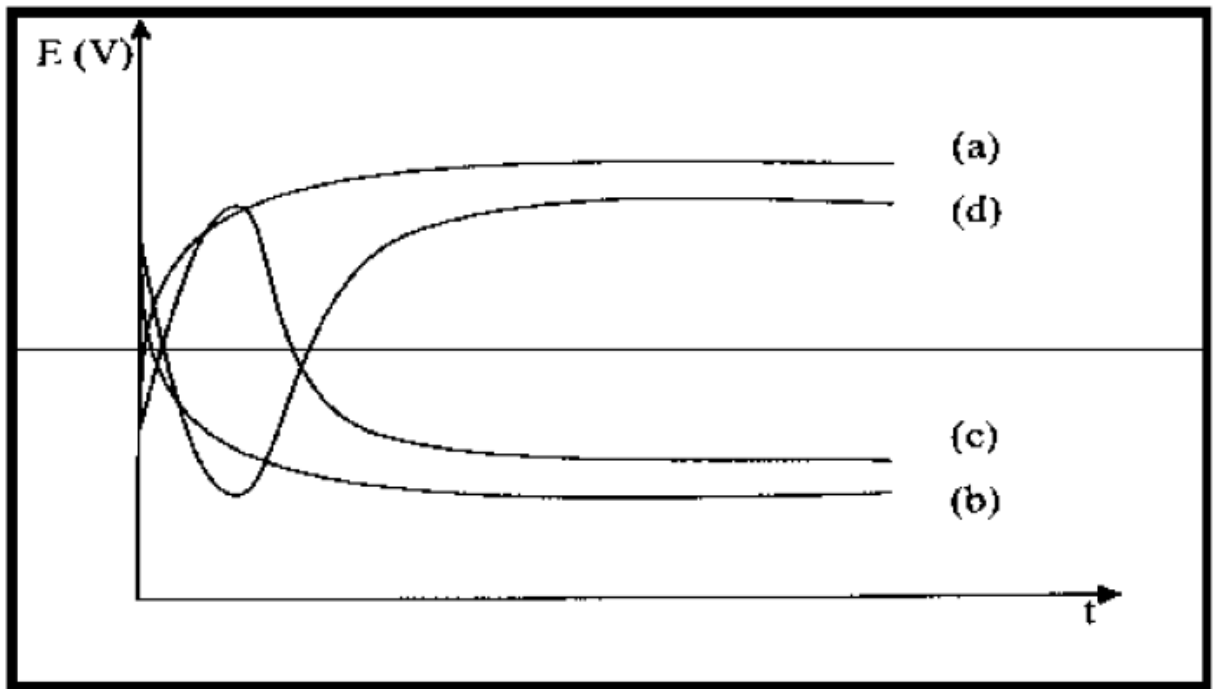


Figure 4-8 : Les variations possibles des courbes $E = f(t)$.

- La courbe (a) montre l'augmentation du potentiel avec le temps, traduit la formation d'une couche de composés insolubles qui protège le métal, c'est une passivation.
- La courbe (b) relative à un potentiel décroissant, correspond à une attaque corrosive du métal.
- La courbe (c) indique une passivation instable suivie d'une attaque.
- La courbe (d) une attaque suivie d'une passivation.

4.6.2.2 Essais de polarisation

Cette technique, permet de déterminer le potentiel de corrosion, le courant de corrosion et le potentiel de piqûration des aciers par rapport au milieu considéré.

Nous avons utilisé un potentiostat de type EGG Princeton model 332 (figure 7) relié à une cellule électrochimique à trois électrodes (figure 8) : l'échantillon c'est l'électrode de travail, une électrode de référence au calomel saturé et une contre électrode en platine.

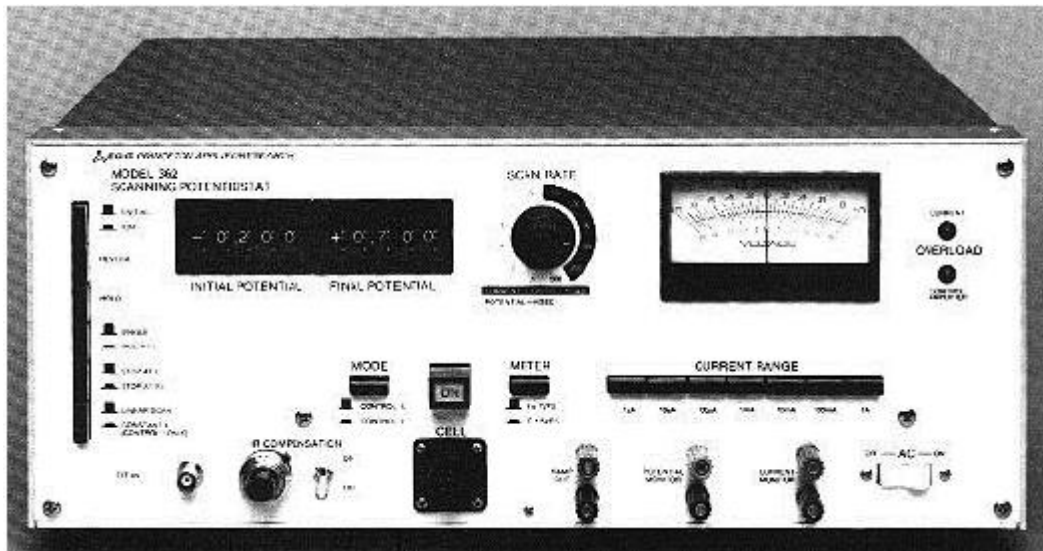


Figure 4-9 : Potentiostat.

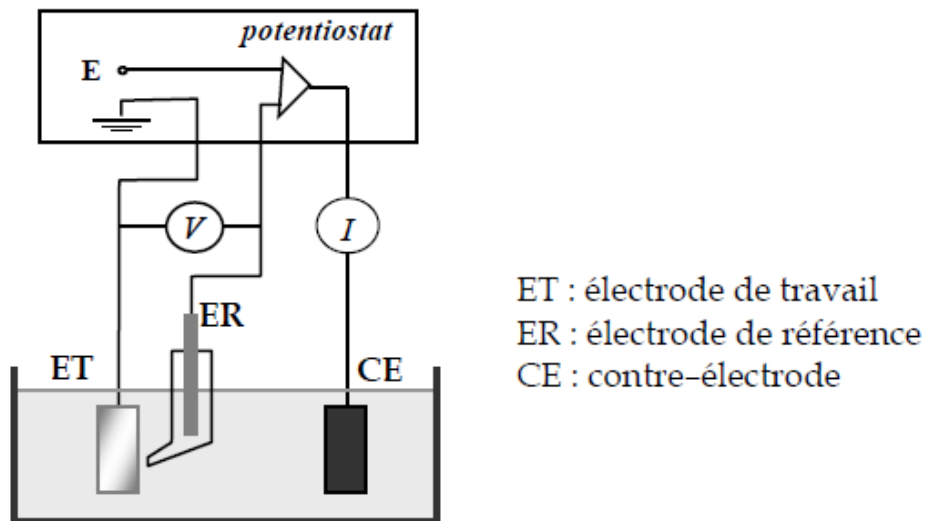


Figure 4-10 : Schéma du dispositif [10].

En mode statique, la fonction du potentiostat est d'appliquer et de maintenir une différence de potentiel fixe entre l'électrode de travail (l'échantillon) et l'électrode de référence, et d'enregistrer le courant débité par l'électrode de travail.

Cet essai nous a permis de tracer la variation d'intensité de courant en fonction du potentiel pour déterminer le courant et le potentiel de corrosion (i_{cor} et E_{cor}).

4.7 Méthodes d'analyses

4.7.1 Méthode d'examen métallographique

4.7.1.1 Détermination de la taille de grain par intersection linéaire

Après avoir effectué l'attaque électrolytique afin de faire apparaître les joints de grains et la prise de micrographie sur le microscope optique, nous avons pu calculer la taille moyenne de grain par la méthode d'intersection linéaire illustré dans la (figure 9).

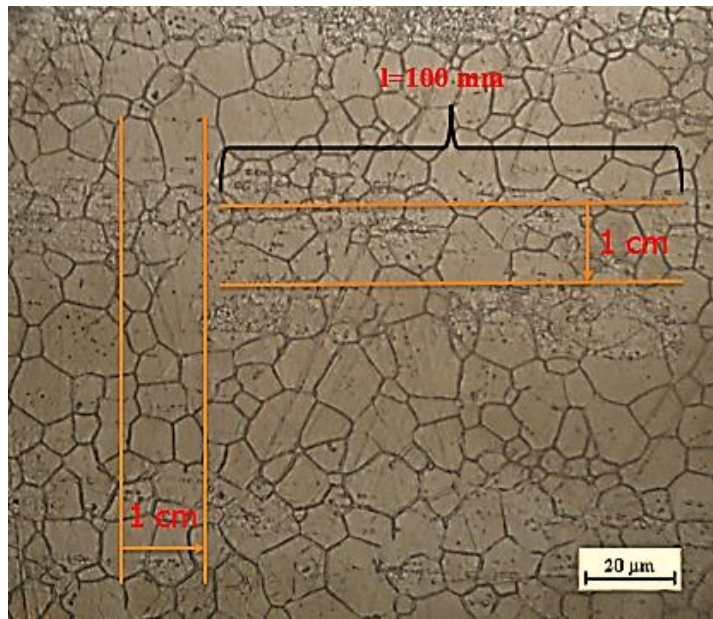


Figure 4-11: Détermination de la taille des grains .

On trace une ligne d'une longueur connue dans notre cas ($l=100\text{mm}$), on dénombre les intersections entre la ligne et les joints de grains. Si la ligne de mesure se termine à l'intérieur d'un grain, le segment correspondant est compté comme 1 ; on compte $\frac{1}{2}$ lorsque l'extrémité de la ligne touche exactement un joint de grains et $\frac{3}{2}$ lorsqu'une ligne coupe un point triple.

On répète la même procédure en décalant la ligne d'un centimètre et dans les deux sens comme le montre la figure 10, afin de calculer le nombre de grains « N » par ligne.

Il faut noter que plus le nombre de lignes à tracer est grand, plus on aura une bonne précision de calcul. Une fois, le nombre de grain réalisé par ligne on utilise l'équation suivante :

$$\phi(\mu\text{m}) = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot X_v$$

Avec : X_v , fraction volumique des grains dont on veut calculer la taille, dans notre cas elle est égale à 1 et G le grossissement utilisé.

On note que dans le cas des grains allongés on mesure l'élongation (D/d) comme le montre la figure suivante

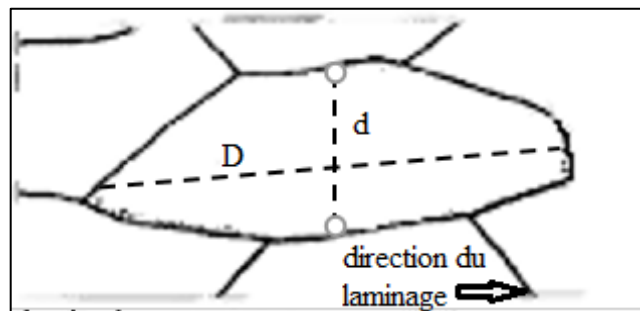


Figure 4-12 : un grain allongé suivant la direction de laminage.

4.7.2 Analyse électrochimique

Les essais de corrosion sont très importants, ils nous permettent de déterminer ou estimer, d'un point de vue quantitatif, les grandeurs caractéristiques de la corrosion telles que le courant et le potentiel de corrosion et la vitesse de corrosion. Pour cela on utilise deux méthodes :

- Extrapolation des droites de Tafel.
- La détermination de la résistance de polarisation.

4.7.2.1 Extrapolation des droites de Tafel

L'essai de polarisation nous fournit une courbe de courant en fonction du potentiel, il convient de tracer la courbe courant-tension à l'échelle semi-logarithmique ($\log(|i|) = E$).

En tracé semi-logarithmique, la courbe de polarisation fait apparaître des portions linéaires dites « branches de Tafel » ou pente de Tafel.

La figure 10, illustre l'extrapolation des branches anodique (b_a) et cathodique (b_c).

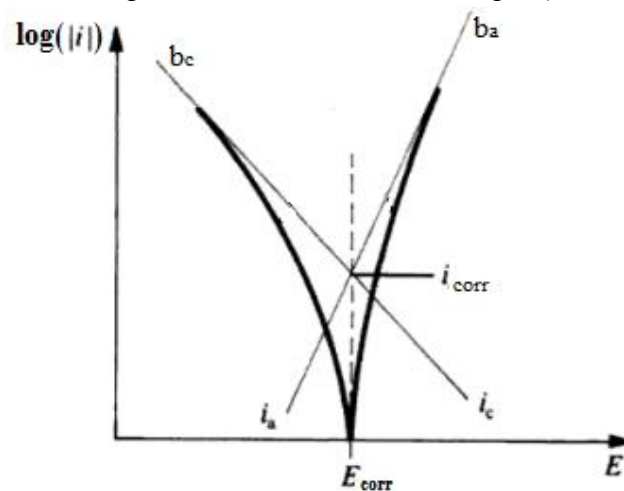


Figure 4-13 : Courbe schématique de polarisation à l'échelle logarithmique [20].

Le courant de corrosion I_{corr} est donc obtenu par l'intersection des droites de Tafel et de la verticale tracée en E_{corr} , et la vitesse de corrosion est directement proportionnelle à ce courant:

$$V_{\text{cor}} = i_{\text{corr}} / nF$$

4.7.2.2 Résistance de polarisation

La valeur de i_{corr} peut être mesuré par une autre technique, dite polarisation linéaire.

Le principe de mesure de résistance de polarisation, R_p , consiste à caractériser à l'aide de courbe intensité/ potentiel pour de faibles surtensions anodique et cathodique une résistance appelé résistance de polarisation qui est, en théorie, proportionnelle au courant de corrosion.

Par définition, la valeur de résistance de polarisation correspond à l'inverse de la pente ($i=f(E)$) de la courbe de polarisation au voisinage du potentiel de corrosion E_{corr} (figure 11).

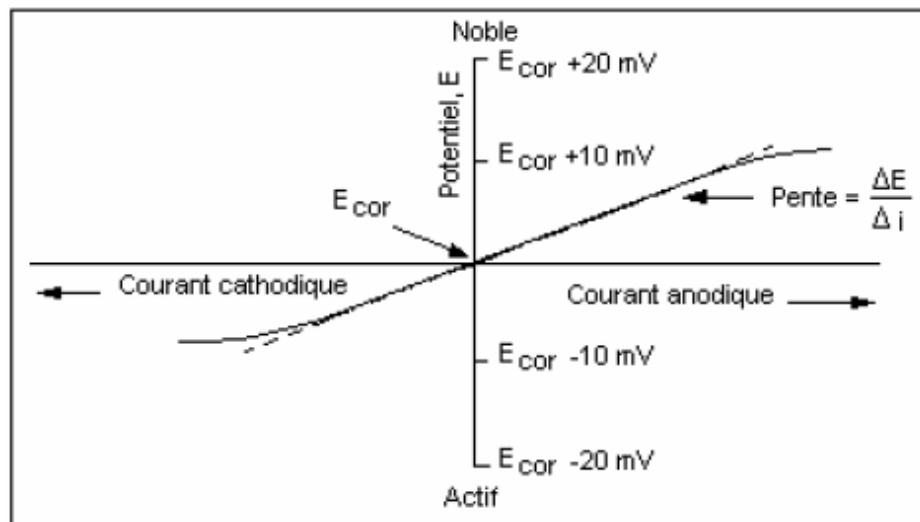


Figure 4-14 : Mesure de la vitesse de corrosion par la résistance de polarisation [11].

Afin de calculer le courant de corrosion on utilise l'équation suivante :

$$i_{corr} = \frac{1}{2 * R_p} * \frac{b_c * b_a}{b_c + b_a}$$

Chapitre 5: **RESULTATS EXPERIMENTAUX**

5.1 Introduction

L'objectif de notre étude est de mettre en évidence le comportement électrochimique d'une canalisation en acier inoxydable austénitique, dans des eaux traitées. En se basant sur l'effet de la microstructure (les parties coudées), l'effet de la composition chimique du milieu.

5.2 Présentation des résultats

5.2.1 Observation microscopique

La figure qui suit montre la différence de la microstructure entre trois échantillons.

Le premier échantillon pris de la partie non déformée du coude et le second échantillon issu d'une partie déformée du coude (figure2), le troisième a été déformé par laminage à 29%.

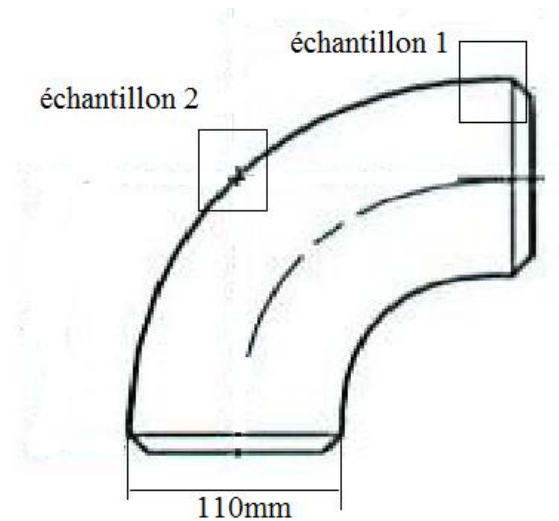
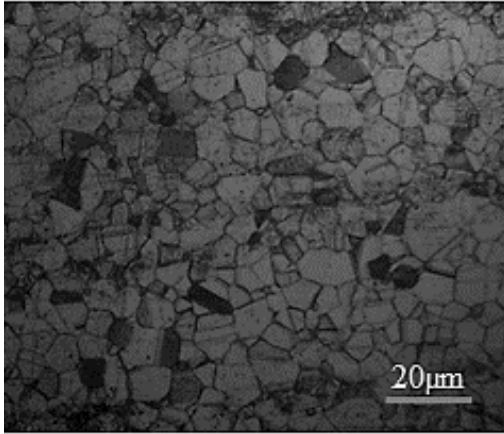


Figure 5-1: Echantillonnages.

a- Attaque chimique



b- Attaque électrolytique

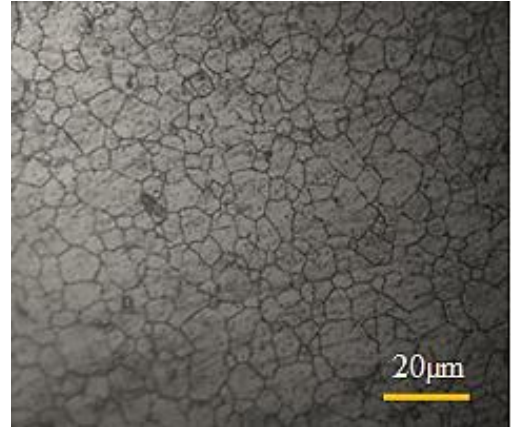
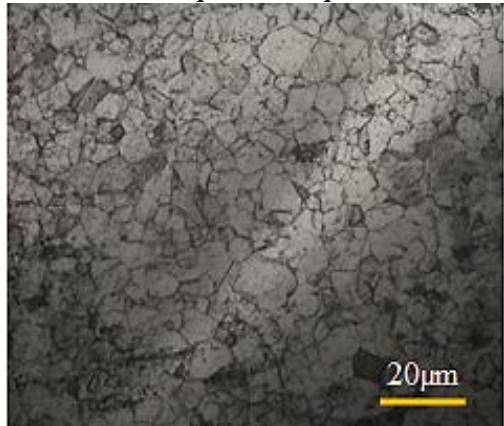


Figure 5-2: Echantillon non déformé ($d_g=15\mu\text{m}$, 198HV).

a- Attaque chimique



b- Attaque électrolytique

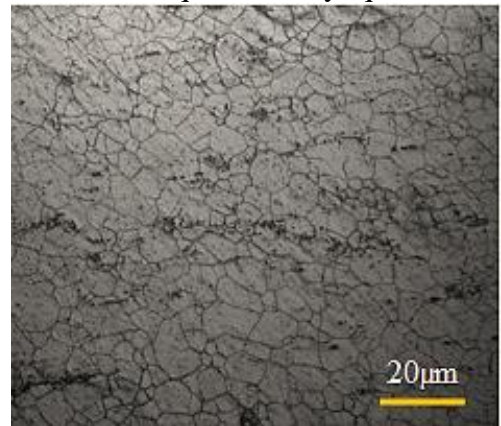
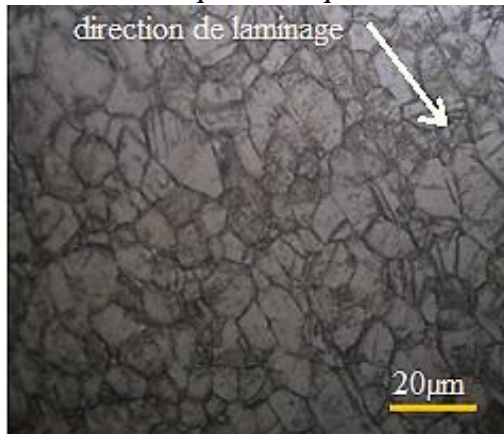


Figure 5-3: Echantillon de la partie coudée ($15\mu\text{m}$, 241 HV).

a- Attaque chimique



b- Attaque électrolytique

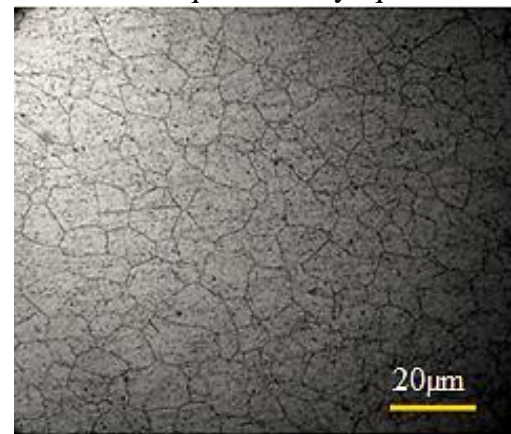


Figure 5-4 : Echantillon déformé ($D=17$, $d=14$; HV 279, $\epsilon=29\%$).

Sur la microstructure de l'échantillon déformé (figure 4) on remarque la distorsion que subissent les grains suite à une déformation plastique (laminage). Avant la déformation, les grains étaient de forme granulaire régulière (figure 2), c'est à dire qu'ils avaient approximativement la même dimension dans toutes les directions.

La microstructure de l'échantillon pris de la partie coudée (figure 3) est relativement la même que celle du l'échantillon de la partie non déformée.

5.2.2 La microdureté

La mesure de la microdureté des trois échantillons (non déformé, métal de la partie coudée et déformé) donne l'évolution suivante :

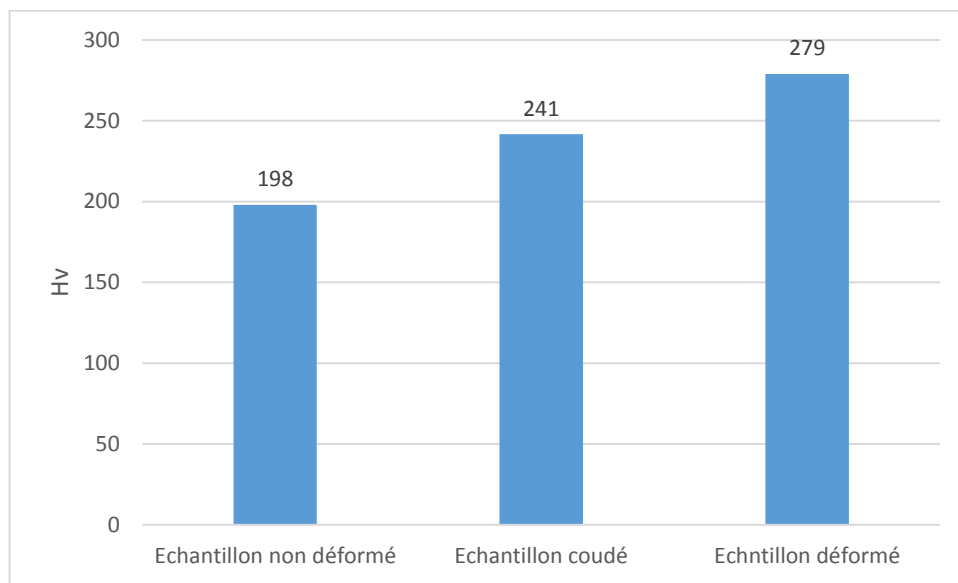


Figure 5-5: Variation de la microdureté en fonction de la déformation..

Une structure déformée est caractérisée par une haute énergie en défaut d'empilement. C'est à dire des défauts ponctuels (lacunes) et linéaires (dislocations), autrement dit la déformation augmente la densité de dislocations et par conséquent la dureté.

Nous pouvons aussi justifier l'augmentation de la microdureté par l'apparition de la phase martensitique induite par la déformation, celle-ci possède une dureté de l'ordre de 800 HV.

5.2.3 La taille des grains

Sur les microstructures des échantillons présentés auparavant, nous calculons la taille moyenne des grains par la méthode d'intersection linéaire.

Le tableau 1 résume le résultat de calcul de taille des grains et la déformation.

Tableau 5-1: La taille moyenne des grains des trois échantillons.

Echantillon	Métal non déformé	Métal de la partie coudé	Métal déformé
La déformation (%)	0	29% + traitement de normalisation	$\ln(2/1.5)=29\%$
Diamètre (μm)	15	15	D=17 d=14
L'élongation (D/d)	1	1	1.21

5.2.4 Résultats des essais électrochimiques

Après avoir étudié l'aspect microstructural, nous passons à l'étude électrochimique. Les figures 6, 7, 8 illustrent les courbes densités de courant-potential ($\log(|i|) - E$). L'électrolyte étant respectivement : eau brute, eau adoucie, eau glacée. Les milieux étant agités à raison de 250 tours par minute à la température ambiante.

- Echantillon non déformé

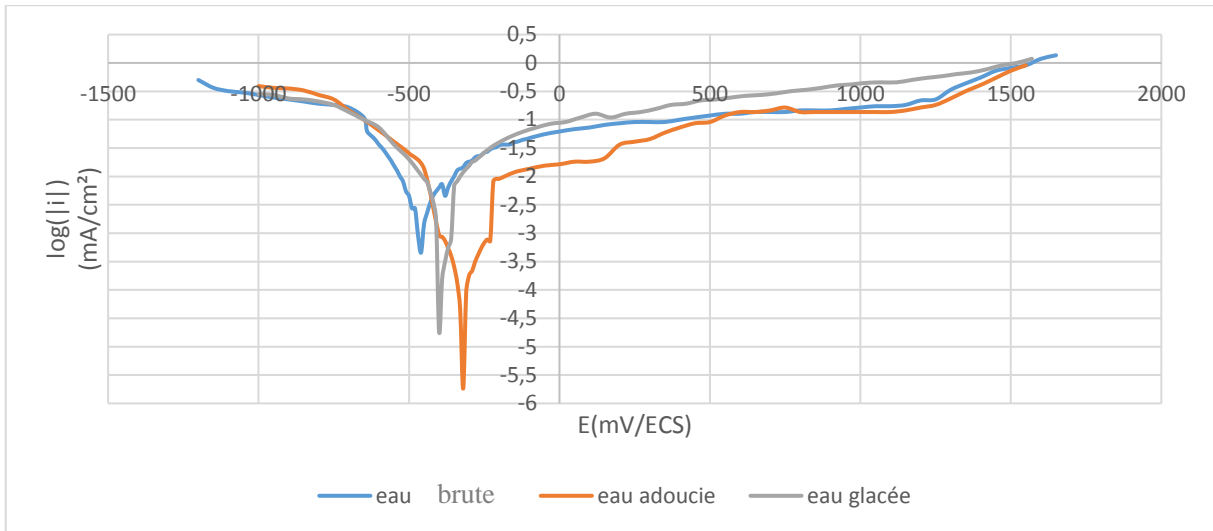


Figure 5-6 : Superposition des courbes de polarisation de l'échantillon –Métal non déformé- dans les trois milieux.

- Echantillon de la partie coudée

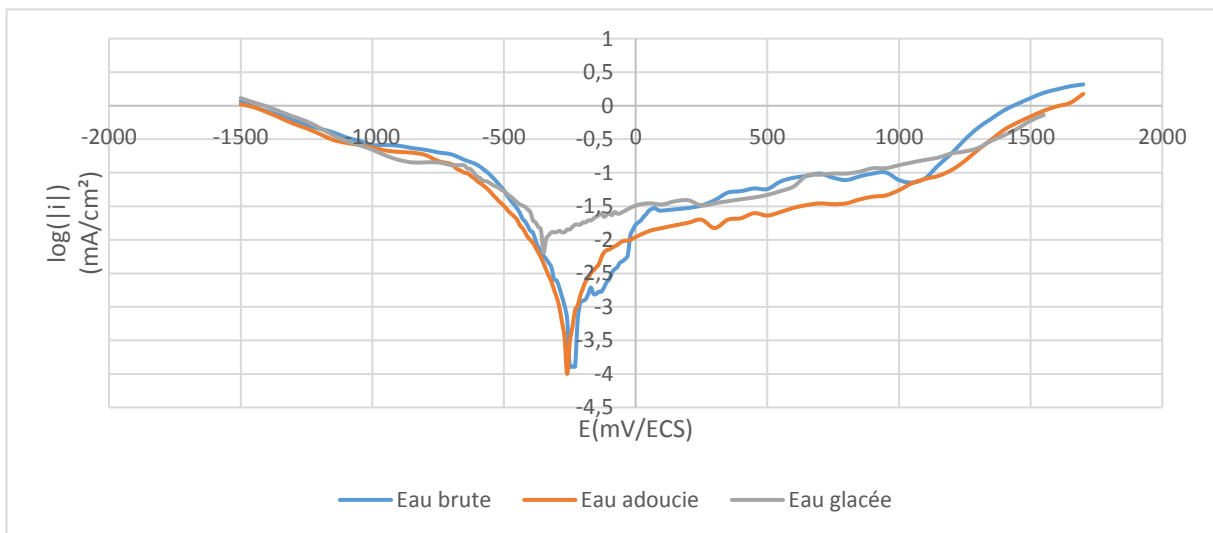


Figure 5-7: Superposition des courbes de polarisation de l'échantillon –Métal non déformé- dans les trois milieux.

- Echantillon déformé

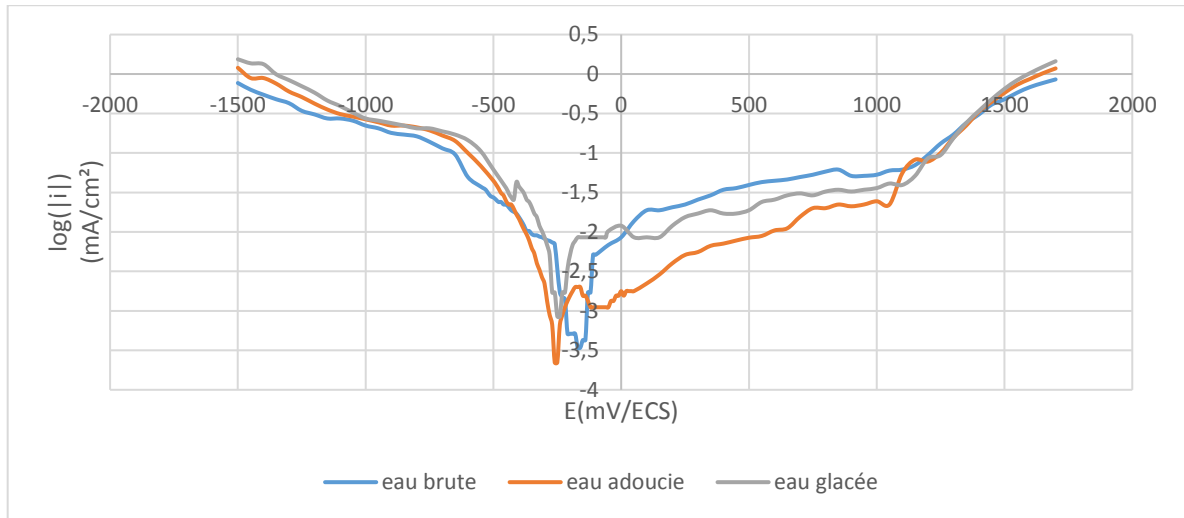


Figure 5-8 : Superposition des courbes de polarisation de l'échantillon –Métal déformé– dans les trois milieux.

Les trois figures montrent que les différents échantillons ont un comportement cathodique (domaine actif) relativement identique dans les 3 milieux.

Une région passive importante de l'ordre de 1000mV/ECS, c'est dû à la stabilité de la couche passive. Au-delà de 1000mV/ECS la couche passive qui protège la surface se détruit, on note alors une augmentation de la densité de courant, c'est le domaine transpassif.

5.3 Interprétation des résultats et discussions

Pour obtenir les différentes grandeurs électrochimiques on utilise les méthodes décrites dans le chapitre 4.

Les tableaux 2-3-4 résume les résultats d'extrapolations des droites de Tafel de chaque échantillon.

Tableau 5-2 : Echantillon 1 « Métal non déformé »

			Methode de Tafel		Methode de la résistance Rp		
	E ab (mV/ECS)	E corr (mV/ECS)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)	Rp $\text{k}\Omega.\text{cm}^2$	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)
Eau brute	-394	-462	2,04	16,66	12,31	2,08	17,04
Eau adoucie	-318	-320	1,78	14,54	17,78	1,76	14,38
Eau glacée	-384	-388	1,43	11,66	11,35	1,23	10,06

Tableau 5-3 Echantillon 2 « Partie coudée »

			Méthode de Tafel		Méthode de la résistance Rp		
	E ab mV/ECS	E corr (mV/ECS)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)	Rp $\text{k}\Omega.\text{cm}^2$	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)
Eau bute	-200	-235	2,51	20,54	14,00	2,34	19,17
Eau adoucie	-280	-255	1,91	15,58	17,50	1,87	15,26
Eau glacée	-275	-245	1,48	12,09	10,00	1,46	11,96

Tableau 5-4: Echantillon 3 « Métal déformé ».

	E ab (mV/ECS)	E corr (mV/ECS)	Methode de Tafel		Methode de la résistance Rp		
			icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)	Rp k Ω .cm ²	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vcorr ($\mu\text{m}/\text{an}$)
Eau brute	-450	-155,55	3,76	30,73	20,34	3,64	29,72
Eau adoucie	-314	-261	2,77	22,62	27,12	2,57	20,99
Eau glacée	-295	-246	1,58	12,96	5,26	1,63	13,53

5.3.1 Effet du milieu

Les paramètres principaux qui caractérisent les milieux étudiés ce sont la conductivité et le pH, le tableau suivant résume les données correspondantes.

Tableau 5-5: Caractéristiques des milieux.

	Eau brute	Eau adoucie	Eau glacée
pH	7.76	7.84	7.90
Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	1310	1360	362
TH °F	39.9	0	8.1

Le pH des trois milieux étant le même, nous étudions l'effet de la conductivité sur le comportement électrochimique.

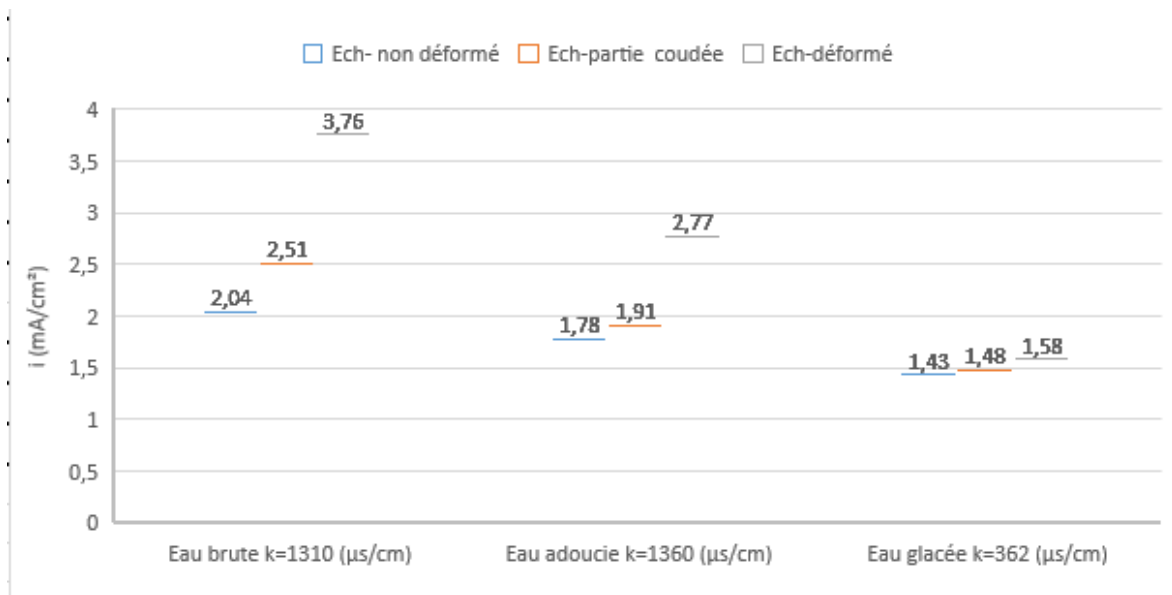


Figure 5-9 : Le courant de corrosion des différents échantillons dans les différents milieux.

Dans les 3 échantillons, le courant de corrosion est plus faible dans l'eau glacée, c'est dû au fait que la conductivité électrique est plus basse dans ce milieu. La conductivité électrique dans un milieu nous informe sur la quantité d'ions existant, autrement dit la capacité du milieu de faire circuler les charges électriques.

Nous remarquons qu'il y a plus d'activité dans l'eau brute, cela est dû au fait que l'eau brute contient une grande quantité de matière organique, sel et gaz dissous, matières en suspensions, donc une corrosivité plus importante.

Dans l'eau glacée, nous remarquons que le TH (teneur en calcium et magnésium en solution dans l'eau) est élevé. C'est lié probablement au dysfonctionnement de l'adoucisseur qui laisse passer une quantité d'ions de calcium Ca^{2+} et de magnésium Mg^{2+} . La présence de ces ions cause le tartre dans le circuit de la canalisation, dans le cas où le tartre forme une couche adhérente avec la surface de la tuyauterie c'est un facteur positif, il protège la surface et inhibe la corrosion, si une partie de cette couche se détache à cause de l'érosion-corrosion (écoulement du liquide), une forte corrosion aura lieu dans cette zone.

5.3.1.1 Effet de la microstructure

Pour illustrer l'effet de la microstructure on présente sur la figure 10 le courant de corrosion en fonction de la déformation

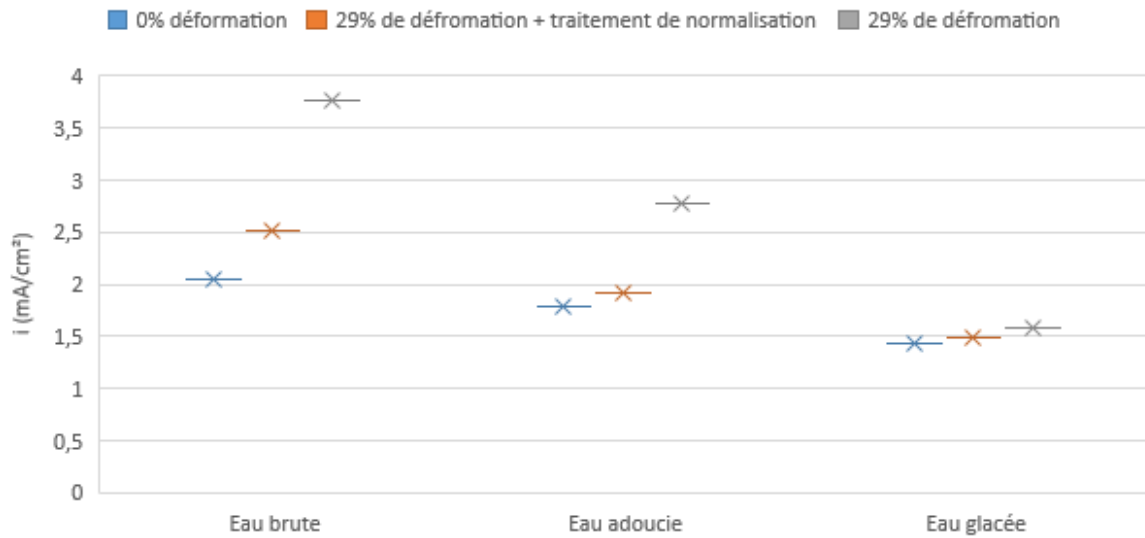


Figure 5-10 : Le courant de corrosion en fonction de la déformation, dans les différents milieux.

Les résultats des tests électrochimiques montrent que les courants de corrosion des deux échantillons métal non déformé et l'échantillon de la partie coudée ont presque les mêmes courants dans les trois milieux, avec une légère augmentation de courant dans le cas de l'échantillon de la partie coudée.

Les vitesses de corrosion de l'échantillon déformé sont plus grandes que dans les deux cas précédents, en comparant les vitesses de corrosion en fonction de la déformation, il est bien claire que i_{corr} est proportionnel à la déformation. Plusieurs études sur l'effet de la déformation ont montré que lors la déformation plastique de l'aciers 316L, la résistance à la corrosion diminue, cela est dû à la fois a, la présence de deux phases (austénite et martensite) qui peut créer des micro-piles qui débute la corrosion, une possibilité de rupture de film passif en raison d'une grande densité de défauts [21.22]

CONCLUSION GENERALE

Le travail présenté dans cette étude traite, sous différents aspects, les microstructures développées dans les coudes d'une canalisation en acier inoxydable austénitiques AISI 316L et le comportement de ces derniers dans des eaux traitées.

Le travail mené, consiste à déterminer les causes de corrosion observées sur certaines parties cintrées des canalisations de transport et de traitement de l'eau de sondage, chez l'entreprise IMC.

Des échantillons de canalisation prélevés à partir des zones corrodées ont été étudiés au laboratoire de métallurgie de l'ENP.

L'analyse microstructurale et électrochimiques des différents échantillons issus d'un coude et un autre échantillon laminé à 29% montrent l'effet de la déformation sur les vitesses de corrosion. Les parties coudées (la partie externe du coude) sont légèrement plus corrodées que l'échantillon non déformé.

L'optimisation du procédé de cintrage afin d'éviter l'évolution de la microstructure du métal de la canalisation, et l'apparition d'une phase martensitique, cette dernière diminue la résistance à la corrosion de la canalisation.

La raison la plus courante pour laquelle une canalisation en acier inoxydable ne satisfait pas la durée de vie prévue en ce qui concerne la résistance à la corrosion est une évaluation incomplète, de l'environnement et/ou les conditions d'exposition inattendues, dans le cas par exemple, de l'utilisation de l'eau de javel (le chlore) comme un désinfectant, peut attaquer la couche passive de ces aciers, à ce stade la corrosion localisée (piquuration) par les ions de chlore se manifeste et se développe jusqu'à la perforation de la canalisation. Il

convient d'étudier l'éventualité d'érosion-corrosion, en particulier dans au niveau des coudes, dans le cas des eaux contenant des particules solides.

Nous pouvons gérer les effets de cette corrosion en ajustant le débit d'écoulement de l'eau, l'ajout des inhibiteurs de corrosion, pour améliorer la résistance à la corrosion, en protégeant la couche de passivité.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : S. CHERET, Les grandes catégories d'usages de l'eau dans l'industrie, Techniques de l'Ingénieur, G1150 V2.
- [2] : Documentation IMC, Spécifiques internes de la société IMC, 2014.
- [3] : BETZ, Le conditionnement des eaux industrielles selon Betz,1993.
- [4]: J. BEDDOES, J. GORDON PARR, Introduction to stainless steels, 1999.
- [5]: P. J. CUNAT, « Aciers inoxydables : critères de choix et structure », Techniques de L'Ingénieur, M4540, (2001).
- [6] : D.C. MADELINE, La microstructure des aciers et des fontes, Dunod, 2012.
- [7] : G. BÉRANGER, Matériaux : résistance à la corrosion et au vieillissement, techniques de l'ingénieur,42373210.
- [8] : H. ORDENBACH, Les aciers inoxydables : propriétés, mise en œuvre, emploi, normes, Paris : Tec et Doc1990.
- [9] : B. DAGALLIER, Les aciers spéciaux : nature propriétés fabrication, SEMAS, 1978.
- [10] : M. COLOMBIE, Matériaux métalliques, technique et Ingénierie, Dunod,2017.
- [12] : I.R. VENNEKENS FICHES D'INFORMATION -aciers inoxydables, Janvier 2007.
- [13]: TECHNIQUE DE L'INGENIEUR, Usinabilité des aciers inoxydables – m 726.
- [14]: L. BABOURI, Etude de la résistance à la corrosion des alliages de cuivre en milieu salin, Mémoire de Magister, 2008.
- [15] : B.M. SADGHI, Analyse et l'indentification du comportement mécanique d'aciera effet TRIP à partir de mesure du champ cinématique. Thèse de doctorat, 2010.
- [16] A.J.SEDRIKS, Corrosion of stainless steels, J.Wiley & Sons, 1979.
- [17] : J.J. LAMOUREUX, Précis de corrosion,1980.
- [18] : J. BENARD, Métallurgie Générale, Masson,1969.
- [19]: H.H.UHLIG, Corrosion and corrosion control, J.Wiley & Sons, 1985.
- [20]: J. BARRALIS, Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation, AFNOR,1990.

[21] : J. CHEN, Retarding effect of prior-over loading on stress corrosion cracking of cold rolled 316L SS in simulated PWR water environment, Journal of Nuclear Materials 496, 2017.

[22]: N.SOLOMON, effect of deformation-induced phase transformation on AISI 316 stainless steel corrosion resistance, Engineering Failure Analysis 79, 2017